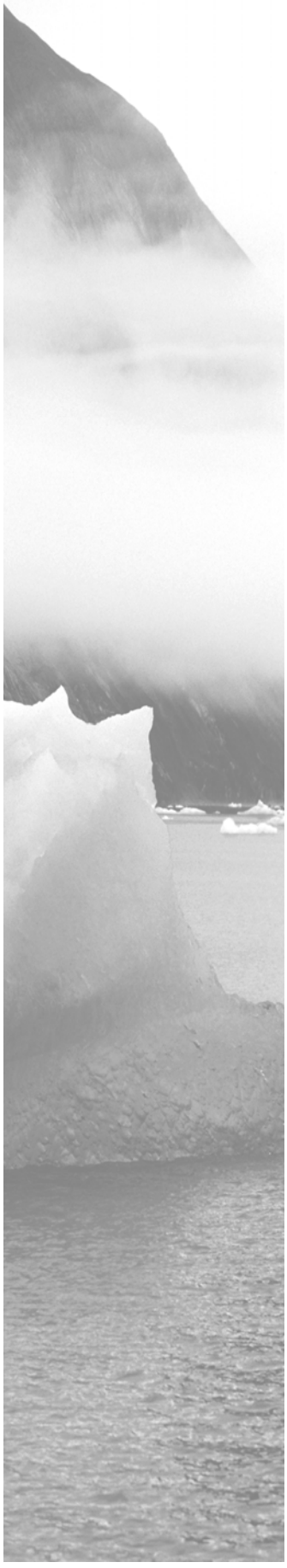
Fisher
Bioblock Scientific
Parc d'innovation - BP 50111 - F67403 illkirch cedex

France
tél 03 88 67 14 14
fax 03 88 67 11 68
email infos@bioblock.fr
www.bioblock.com

Belgique / België
tél 056 260 260
fax 056 260 270
email belgium@bioblock.com
www.be.fishersci.com

Mode d'emploi

Gefriertrocknungsanlage Alpha 1-4 und 2-4 LSC



Bedienungsanleitung Gefriertrocknungsanlage

ALPHA 1-4 LSC

Best. Nr. 102041

ALPHA 2-4 LSC

Best. Nr. 102042

CHRIST

Gefriertrocknungsanlagen
Rotations-Vakuum-Konzentratoren

Ausgabe 04.2003 - Deutsch

Bedienungsanleitung
ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC

Auftrags-Nummer:

Fabrik-Nummer:

Bei einer Rückfrage bitten wir um Bekanntgabe der vorstehenden Nummern.

Servicekontakt:

MARTIN CHRIST Gefriertrocknungsanlagen GmbH
An der unteren Söse 50, D-37520 Osterode
Telefon +49 (0) 5522 / 5007-25, Telefax +49 (0) 5522 / 5007-12
eMail: service@martinchrist.de

Vorwort

Sehr geehrter Kunde,

wir beglückwünschen Sie zur Anschaffung einer **CHRIST**-Gefriertrocknungsanlage.

Die Gefriertrocknungsanlage **ALPHA1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC** ist mit anwenderfreundlichen Eigenschaften ausgestattet, die Ihnen die Handhabung erleichtern.

Die neu konzipierte **ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC** ist eine universell einsetzbare CHRIST-Gefriertrocknungsanlage für Laboratorien, F&E-Abteilungen und wissenschaftliche Institute. Das praxisbewährte Zubehörprogramm ermöglicht applikationsorientierte Gerätekonfigurationen für nahezu alle Anwendungen zur Trocknung in Rundkolben, Schalen, Ampullen, Injektions-Fläschchen etc.

Ein besonderer Vorteil liegt in der einfachen, intuitiven Anlagenbedienung mit der Steuerung LSC (Lyo-Screen-Control):

- ¼ VGA-LC-Display
- Grafikorientierte Benutzeroberfläche mit Einknopfbedienung ("turn and push")
- Übersichtliche Darstellung wesentlicher Prozessdaten im Anlagenschema
- Eingabe von bis zu 30 Gefriertrocknungsprogrammen in tabellarischer Form (optional)
- WINDOWS-NT-Software erhältlich.

Damit ist es uns gelungen, Ihnen eine Gefriertrocknungsanlage mit hoher Funktionalität in der praktischen Anwendung anbieten zu können.

Wir bedanken uns für Ihr Vertrauen und wünschen Ihnen eine erfolgreiche Arbeit mit Ihrer Gefriertrocknungsanlage.

MARTIN CHRIST Gefriertrocknungsanlagen GmbH

An der unteren Söse 50, D-37520 Osterode

Telefon +49 (0) 5522 / 5007-0, Telefax +49 (0) 5522 / 5007-12,

Internet: www.martinchrist.de, eMail: info@martinchrist.de

Inhalt

1. Allgemeine Information 1

1.1. Einleitung 1
1.2. Anwendungsgebiet 2
1.3. Technische Daten der Gefriertrocknungsanlage ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC 3
1.4. Normen und Vorschriften 6
1.5. Sicherheitshinweise 6
1.5.1. ACHTUNG! Netzstecker ziehen! 6
1.5.2. ACHTUNG! Lösungsmittel! 6
1.5.3. HINWEIS! Reinigung und Pflege der Anlage! 6
1.5.4. ACHTUNG! Festfrieren von Gliedmaßen! 6
1.5.5. HINWEIS! Transporthinweis! 7
1.6. Unzulässige Gefriertrocknungsvorgänge 8

2. Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung 9

2.1. Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung 9
2.2. Vorbereitung 12
2.3. Gefrieren 12
2.4. Haupttrocknen 13
2.5. Nachtrocknen 17
2.6. Trocknungsende und Belüften 18
2.7. Abtauen 19

3. Beschreibung der Gefriertrocknungsverfahren 21

3.1. Gefrieren und Trocknen innerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren A) auf einer temperierbaren Stellfläche 21
3.2. Gefrieren separat und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B) auf beheizbaren Stellflächen 22
3.3. Gefrieren separat und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B) mit Verschlussvorrichtung 24
3.4. Gefrieren separat und Trocknen von Flüssigkeiten in Kolben (Verfahren B) 25
3.5. Gefrieren separat und Trocknen von Flüssigkeiten in Ampullen (Verfahren B) 26

4. Aufstellung und Inbetriebnahme 29

4.1. Aufstellungsort 29
4.2. Netzanschluss 30
4.3. Sicherung bauseits 30
4.4. Schutzleiterprüfung 30
4.5. Belüftung 30
4.6. Kondensat- und Abtauwasser 30
4.7. Vakuumpumpenabgase 31

4.8. Erste Inbetriebnahme....31
4.8.1. Funktions- und Bedienelemente....32
4.8.2. Anschluss von Vakuumpumpe und Installation von Zubehörkomponenten....33
4.8.3. Einschalten....39

5. LSC Anlagensteuerung 41

5.1. Einleitung....41
5.1.1. Das LSC Bedienpanel....41
5.1.2. Kurzübersicht – Bedienung....42
5.2. Visuelle Komponenten der LSC Anlagensteuerung....43
5.2.1. Menüleiste....43
5.2.2. Fensterbereich....44
5.2.3. Statuszeile....50
5.3. Funktionstasten....50
5.4. Manuell Modus....52
5.4.1. Vorgehensweise für Sollwerteingaben im Manuell Modus:....53
5.4.2. Sollwerte für Manuelles Gefrieren....54
5.4.3. Sollwerte für Manuelles Haupttrocknen und Nachtrocknen....55
5.5. Programmgeber (optional)....56
5.5.1. Allgemeines....56
5.5.2. Programm neu....57
5.5.3. Programm bearbeiten....57
5.5.4. Programm laden....59
5.5.5. Programm kopieren....60
5.5.6. Programm löschen....60
5.6. Prozess- und Anlageninformationssystem....61
5.6.1. Meldungen und Hinweise....62
5.7. Optionen....64
5.7.1. Info....64
5.7.2. Displaykontrast....64
5.7.3. Menüsprache....65
5.7.4. Datum und Zeit ändern....65
5.7.5. Wartungsintervalle der Vakuumpumpe....66
5.7.6. Verfahren....67
5.7.7. Freigabe....68
5.7.8. Sicherheit....68
5.7.9. Systemkalibrierung....69
5.8. Implementierte Kurzreferenz....70

6. Hinweise bei Betriebsstörungen 71

6.1. Stromausfall....71
6.2. Kein ausreichendes Vakuum....71
6.3. Anlage zeigt keine Funktion....73
6.4. Heizung schaltet nicht zu....73
6.5. Ventilator (Eiskondensatorkammer) schaltet nicht zu....73
6.6. Keine ausreichende Eiskondensator- oder Stellflächentemperatur....74
6.7. Prozess- und Anlageninformationssystem....75
6.7.1. Fehlermeldungen....75

7. Wartung und Pflege 79

7.1. Eiskondensatorkammer....79
7.2. Wärmetauscher....79
7.3. Abgleich und Wartung der Vakuummesssonde TPR010....79

7.4. Gummiventile 80
7.5. Vakuumpumpe 80
7.6. Auspufffilter 81
7.7. Reinigung 81
7.7.1. Reinigung der Gefriertrocknungsanlage 81
7.7.2. Reinigung von Zubehör 81
7.7.3. Pflege des Belüftungsventils und des Ablassventils 82
7.7.4. Desinfektion von Trocknungskammer, Deckel und Zubehör 82
7.7.5. Prüfungen durch den Benutzer 83

8. Optionen 85

8.1. Prozessleitsystem LPC-16, Software 85
8.2. Prozessleitsystem LPC-16, Software mit PC-Hardware 85
8.3. Druckanstiegstest 85
8.4. Programmgeber 85
8.5. Datenlogger 85

9. Anlagen 87

1. Allgemeine Information

1.1. Einleitung

Was bedeutet Gefriertrocknung (Lyophilisation)?

Gefriertrocknung heißt: Wasserentzug aus gefrorenem Material. Die Trocknung erfolgt dabei unter Umgehung des flüssigen Aggregatzustandes durch Sublimation; d. h. direkte Überführung von Eis in Dampf. Dies geschieht unter Vakuum, wobei in dem eingebrachten Gut Temperaturen tiefer als -10°C herrschen.

Das Ziel der Gefriertrocknung ist, ein sehr leicht wasserlösliches Produkt zu erhalten, das nach Hinzufügen von Wasser die Eigenschaften des Ausgangsgutes unverändert aufweist.

Da die Trocknung im gefrorenen Zustand bei sehr niedrigen Temperaturen erfolgt, gelingt es z. B. Eiweiße zu trocknen, die wasserlöslich bleiben. Auch die meisten übrigen chemischen Verbindungen bleiben qualitativ und quantitativ unverändert.

Durch die Gefriertrocknung wird das Gut, vorwiegend biologischen Ursprungs - Gewebe, Gewebeextrakte, Bakterien, Impfstoffe und Seren - in eine Trockenform überführt. Bei diesem Prozess entfallen weitgehend enzymatische, bakterielle und chemische Veränderungen.

Es kann gesagt werden, dass die Gefriertrocknung das schonendste Verfahren zur Konservierung der biologischen Eigenschaften empfindlicher Gewebe und Gewebebestandteile ist.

Auch wenn bei der Trocknung anorganischer Materialien, beispielsweise nanoskaliger Dispersionen, die Teilchenoberfläche unverändert bleiben soll, ist die Lyophilisation die Methode der Wahl.

1.2. Anwendungsgebiet

Die Gefriertrocknungsanlage **ALPHA 1-4 / ALPHA 2-4 LSC** ist eine leistungsfähige, universell verwendbare Labor- und Technikumsanlage zur Gefriertrocknung von festem oder flüssigem Ausgangsgut in Ampullen, Fläschchen, Glaskolben, Plasmaflaschen oder Schalen. Es können alle zur Gefriertrocknung erforderlichen Verfahrensschritte in der Anlage durchgeführt werden:

- Einfrieren der Produkte
- Gefriertrocknung (Sublimation) der Produkte nach beliebig vorgewählten Temperatur- und Druckgrenzwerten
- Nachtrocknen der Produkte bei beliebig vorgewählten Temperaturgrenzwerten und hohem Endvakuum zur Entfernung des kapillar und molekular gebundenen Wassers.

Die Gefriertrocknungsanlage **ALPHA 1-4 / ALPHA 2-4 LSC** ist geeignet für die Gefriertrocknung von z. B. Bakterien und Viruskulturen, Blutplasma, Serumfraktionen, Antikörpern, Seren, Impfstoffen und pharmazeutischen Produkten wie Chloramphenicol, Streptomycin, Vitaminen, Fermenten, sowie Pflanzenextrakten für biochemische Untersuchungen.

1.3. Technische Daten der Gefriertrocknungsanlage ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC

Leistungsdaten	ALPHA 1-4 LSC	ALPHA 2-4 LSC
Eiskondensatorkapazität:	max. 4kg	max. 4kg
Eiskondensatorleistung:	max. 4kg/24h	max. 4kg/24h
Eiskondensator-temperatur	ca. –55°C	ca. –85°C
Stellflächentemperierung beim Gefrieren und bei Trocknung innerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren A):	ca. -25 °C +99°C	ca. -50°C bis +99°C
Stellflächentemperierung bei Trocknung außerhalb der Eiskondensator-kammer (Verfahren B):	Raumtemperatur bis max. +99°C	Raumtemperatur bis max. +99°C
Max. Stellfläche bei Trocknung innerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren A):	1 Stellfläche Ø200 $\triangleq$ 0,031m^2	1 Stellfläche Ø200 $\triangleq$ 0,031m^2
Max. Stellfläche bei Trocknung außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B):	10 Stellflächen, je Stellfläche Ø200 $\triangleq$ 0,031m^2 oder 5 Stellflächen, je Stellfläche Ø375 $\triangleq$ 0,110m^2	10 Stellflächen je Stellfläche Ø200 $\triangleq$ 0,031m^2 oder 5 Stellflächen, je Stellfläche Ø375 $\triangleq$ 0,110m^2
Max. Stellfläche bei Trocknung in Penicillinfläschchen (Glasvials) mit Verschließen unter Vakuum oder Stickstoffatmosphäre außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B):	4 Stellflächen, je Stellfläche Ø250 $\triangleq$ 0,045m^2	4 Stellflächen, je Stellfläche Ø250 $\triangleq$ 0,045m^2

Trocknung in Rundkolben, max. Eiskondensatorleistung von 4kg beachten (Verfahren B):	12 Stück bzw. 24 Stück	12 Stück bzw. 24 Stück
Physikalische Daten (ohne Vakuumpumpe):		
Abmessungen der Anlage:	Breite: 390mm Höhe: 415mm Tiefe: 555mm (inkl. Vakuum-flanschanschluss)	Breite: 390mm Höhe: 415mm Tiefe: 555mm (inkl. Vakuum-flanschanschluss)
Gewicht:	ca.48kg	ca.60kg
Geräuschpegel nach DIN 45635:	54 dB(A)	54 dB(A)
Funkentstört gemäß EN 55011	Klasse B	Klasse B
Füllmengen:		
Kältemittel:	siehe Anlagenrückwand	siehe Anlagenrückwand
Anschlussdaten mit Vakuumpumpe 0,4KVA:		
Elektrischer Anschluss:	230V / 50-60Hz (andere Anschlusswerte auf Anfrage)	230V / 50-60Hz (andere Anschlusswerte auf Anfrage)
Leistungsaufnahme:	1,84KVA	2,53KVA

Max. Stromaufnahme:	8,0A	11,0A
Absicherung:	10,0A	12,0A
Umgebungstemperatur:	Klimaklasse: SN +10°C bis +32°C (höhere Temperatur auf Anfrage)	Klimaklasse: SN +10°C bis +32°C (höhere Temperatur auf Anfrage)
Betriebsmittel-anschlüsse:		
Vakuumanschluss:	Kleinflansch-verbindung DN 25KF (ISO 28403, DIN 2861)	Kleinflansch-verbindung DN 25KF (ISO 28403, DIN 2861)
Ablassventil:	Schlauchtülle DN10 (Außendurch-messer 12mm)	Schlauchtülle DN10 (Außendurch-messer 12mm)
Belüftungsventil:	Schlauchtülle DN4 (Außendurch-messer 8mm)	Schlauchtülle DN4 (Außendurch-messer 8mm)

Zum Lieferumfang gehören:

- 1 Tube Hochvakuumfett
- 1 Liter Vakuumpumpenöl (nur bei mitgelieferter Pumpe)
- 1 Satz Flanschbauteile und Kleinmaterial für Service und Wartungszwecke
- 0,5m Ablassschlauch (Silikon 9x12mm)
- 1 Bedienungsanleitung sowie ausführliche technische Unterlagen
- Inbetriebnahme (innerhalb der Bundesrepublik Deutschland)

Nicht zu unserem Lieferumfang gehören:

- Die Verlegung der Auspuffleitung der Vakuumpumpe (nicht erforderlich bei Verwendung eines Auspufffilters)

1.4. Normen und Vorschriften

Beachten sie bitte die beiliegende EG-Konformitätserklärung

1.5. Sicherheitshinweise

1.5.1. ACHTUNG! Netzstecker ziehen!

Da in der Anlage unter Spannung stehende Teile zugänglich sind, muss vor dem Öffnen der Seitenverkleidungen oder vor Entfernen des Bedienpultes der Netzstecker gezogen werden.

Für Wartungsarbeiten ist die Anlage mit dem Netzschalter auszuschalten.

1.5.2. ACHTUNG! Lösungsmittel!

Ausgangsgut mit z. B. hoher Lösungsmittelkonzentration oder säurehaltiges Gut können nicht ohne besondere Schutzmaßnahmen und apparative Vorkehrungen, wie z. B. Kühlfalle zum Schutz der Vakuumpumpe getrocknet werden (ggf. Rückfrage im Werk).

Besondere Vorsicht ist bei der Handhabung mit Aziden geboten, da sich in Verbindung mit Kupfer oder Buntmetallen ein gefährlicher Sprengstoff bildet! Eine Rückfrage im Werk ist unbedingt erforderlich!

1.5.3. HINWEIS! Reinigung und Pflege der Anlage!

Bei infektiösen, toxischen, pathogenen und radioaktiven Substanzen sind die Gefahrenhinweise der zugehörigen Sicherheitsvorschriften zu beachten.

1.5.4. ACHTUNG! Festfrieren von Gliedmaßen!

Während des Betriebes der Gefriertrocknungsanlage kann es zu gefährlichen Situationen in der Eiskondensatorkammer kommen. Beim Einsetzen der Stellflächen ist darauf zu achten, dass die Gliedmaßen nicht mit dem Eiskondensator in der Eiskondensatorkammer in Berührung kommen, da sonst das

Gliedmaß dort anfrieren kann. Ein Ablösen des Gliedmaßes ist nur unter Zuführung von Wärme möglich. Es sollte jedoch keine Flüssigkeit verwendet werden.

1.5.5. HINWEIS! Transporthinweis!

Bitte bewahren Sie die Verpackung für evtl. späteren Versand auf.

Die Anlage sollte von zwei Person durch seitliches Unterfassen transportiert werden.

ACHTUNG: Zum Transport oder zum Aufstellen der Anlage nicht am Kunststoff-Bedienpult angreifen. Beim Absetzen der Anlage auf die Tischfläche ist die Gefahr des Einklemmens der Hand/Finger zu beachten.

RICHTIG

FALSCH

1.6. Unzulässige Gefriertrocknungsvorgänge

1. Betrieb der nicht fachgerecht installierten Gefriertrocknungsanlage.
2. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit abgnommener Verkleidung.
3. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage durch nicht autorisiertes Personal.
4. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit nicht ordnungsgemäß eingesetzten Stellflächen.
5. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit stark korrodierenden Substanzen. Diese dürfen nicht oder nur unter besonderen Vorsichtsmaßnahmen getrocknet werden. Diese dürfen keine Materialschäden verursachen und die mechanische Festigkeit der Eiskondensatorkammer, der Trocknungskammer, des Deckels sowie des Zubehörs nicht beeinträchtigen.
6. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit Zubehörteilen, die nicht vom Hersteller zugelassen sind, mit Ausnahme handelsüblicher Gefriertrocknungsgefäße aus Glas oder Kunststoff. Vor der Benutzung minderwertiger Handelsware wird ausdrücklich gewarnt. Glasbruch oder platzende Gefäße können beim Gefriertrocknen gefährliche Zustände erzeugen.
7. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage in explosionsgefährdeten Räumen.
8. Während des Betriebes darf die Gefriertrocknungsanlage nicht angestoßen oder bewegt werden. Anlehnen oder Abstützen an der Gefriertrocknungsanlage ist unzulässig.
9. Kein potentiell gefährliches Material, z. B. Glasgefäße mit Flüssigkeiten, in der Nähe der Gefriertrocknungsanlage abstellen.
10. Gefriertrockengut, das unter Zuführung hoher Energie während des Gefriertrocknens reagieren könnte, darf nicht getrocknet werden.
11. Keine explosiven oder leicht brennbaren Substanzen gefriertrocknen.
12. Infektiöse, toxische, pathogene und radioaktive Substanzen dürfen nur in dafür geeigneten Gefäßen getrocknet werden.

2. Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung

2.1. Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung

Die Gefriertrocknung ist die produktschonenste Methode, Materialien zu trocknen. Dabei wird das physikalische Phänomen der Sublimation ausgenutzt, d.h. der direkte Übergang vom festen in den gasförmigen Zustand. Zum Trocknen wird das gefrorene Produkt in die Vakuum-Trocknungskammer eingebracht. Die unter Vakuum bei der Trocknung ausgetriebene Feuchtigkeit wird an dem sehr kalten Eiskondensator angefroren, weshalb der Eiskondensator auch als Dampfpumpe bezeichnet werden kann. Daraus ergibt sich, dass die Vakuumpumpe nur die Aufgabe hat, die Luft aus der Trocknungskammer zu entfernen, nicht aber den ausgetriebenen Dampf abzupumpen (=Gaspumpe). Um den Sublimationsprozess in Gang zu setzen, muss dem Produkt Energie zugeführt werden. Dies erfolgt bei der Trocknung in Rundkolben, Weithalsflaschen, etc. durch die sehr viel wärmere Umgebung (direkte Kontaktwärme), bei unbeheizten Stellflächen durch Wärmeeinstrahlung aus der Umgebung und bei temperierbaren Stellflächen direkt durch die Stellflächen. Ist dem Produkt das "freie Wasser" vollständig entzogen, kann man durch ein sehr tiefes Vakuum auch noch das in Spuren enthaltene, adsorptiv gebundene Wasser entziehen. Dieser Teil des Trocknungsprozesses wird als Nachtrocknung (Desorption) bezeichnet.

Die Grundkomponenten einer Gefriertrocknungsanlage sind :

- Vakuum-Trocknungskammer mit Temperiereinrichtung
  a) beheizbare bzw. unbeheizbare Stellflächen zum Trocknen in Schalen
  b) Stellflächen mit Verschlussvorrichtung zum Trocknen in Fläschchen
  c) Gummiventile zum Anschluss von Rundkolben, Weithalsflaschen, etc.

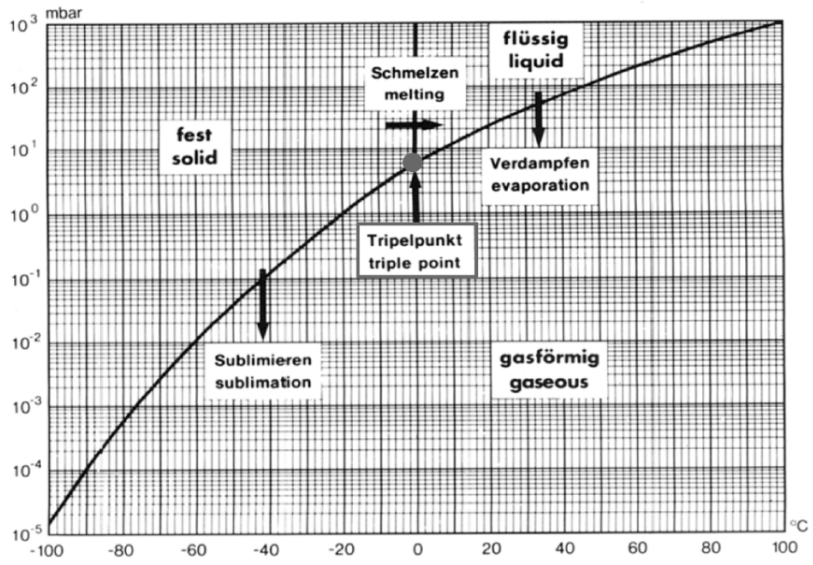
d) Trockenrechen zum Anschluss von Rundkolben, Weithalsflaschen, etc.

- Pumpeinrichtung zum Absaugen von Wasserdampf und Luft
  a) Vakuumpumpe zum Absaugen der Luft aus der Trocknungskammer
  (=Gaspumpe)
  b) Eiskondensator mit Temperaturen von -50°C bis -105°C (je nach Anlagentyp) zum Absaugen des Wasserdampf aus der Kammer
  (= Dampfpumpe)

Sublimation

Es soll das Prinzip der Sublimation kurz anhand der Zustandskurve von Wasser erklärt werden (Gefriertrocknung hauptsächlich wässriger Lösungen, siehe Dampfdruckkurve). Ist der Druck höher als 6,11 mbar, durchläuft das Wasser alle drei Zustände (fest, flüssig, gasförmig) bei der Temperaturerhöhung bzw. Erniedrigung. Bei 6,11 mbar treffen Schmelzdruckkurve, Dampfdruckkurve und Sublimationsdruckkurve in einem Punkt, dem Tripelpunkt zusammen. In diesem Punkt treten alle drei Zustände nebeneinander (gleichzeitig) auf. Unterhalb dieses Punktes, d.h. der Druck ist kleiner als 6,11 mbar, geht das Wasser bei Erreichen der Sublimationsdruckkurve (Dampfdruckkurve über Eis) direkt vom festen in den gasförmigen Zustand über.

Dampfdruckkurve für Eis und Wasser



Umrechnungstabelle "Dampfdruck über Eis" (Sublimationskurve)
1mbar = 10^2Pa

°C	≙mbar	°C	≙mbar	°C	≙mbar	°C	≙mbar
0	6,110	-20	1,030	-40	0,120	-60	0,011
-1	5,620	-21	0,940	-41	0,110	-61	0,009
-2	5,170	-22	0,850	-42	0,100	-62	0,008
-3	4,760	-23	0,770	-43	0,090	-63	0,007
-4	4,370	-24	0,700	-44	0,080	-64	0,006
-5	4,020	-25	0,630	-45	0,070	-65	0,0054
-6	3,690	-26	0,570	-46	0,060	-66	0,0047
-7	3,380	-27	0,520	-47	0,055	-67	0,0047
-8	3,010	-28	0,470	-48	0,050	-68	0,0035
-9	2,840	-29	0,420	-49	0,045	-69	0,0030
-10	2,560	-30	0,370	-50	0,040	-70	0,0026
-11	2,380	-31	0,340	-51	0,035	-71	0,0023
-11	2,170	-32	0,310	-52	0,030	-72	0,0019
-13	1,980	-33	0,280	-53	0,025	-73	0,0017
-14	1,810	-34	0,250	-54	0,024	-74	0,0014
-15	1,650	-35	0,220	-55	0,021	-75	0,0012
-16	1,510	-36	0,200	-56	0,018	-76	0,0010
-17	1,370	-37	0,180	-57	0,016	-77	
-18	1,250	-38	0,160	-58	0,014	-78	
-19	1,140	-39	0,140	-59	0,012	-79	

Die Verfahrensschritte der Gefriertrocknung

Gefrieren

Unter atmosphärischem Druck
(z. B. bei –25°)

= Bildung der erforderlichen Eisstruktur

Trocknen

Unter Vakuum
z. B. bei 0,01 mbar

= hält Wasseranteil in Eisform

Zusätzlich erforderlich
Zuführung von Energie (Wärme)

aber: das Material bleibt gefroren!

(Hintergrund: das Vakuum bestimmt die Produkttemperatur)

2.2. Vorbereitung

Bei Anlagen, die mit dem Drucksteuerventil ausgerüstet sind, sollte die Möglichkeit des Warmlaufens der Vakuumpumpe genutzt werden. Für die Lebensdauer der Vakuumpumpe ist es vorteilhaft, wenn diese erst dann mit kondensierbaren Gasen belastet wird, wenn die Betriebstemperatur der Pumpe erreicht ist.

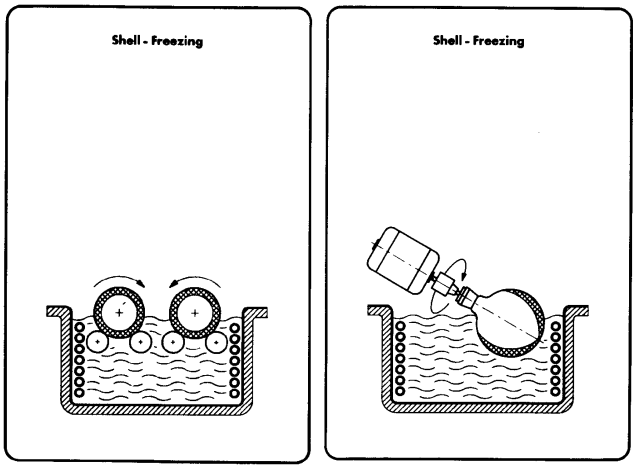
Die Vakuumpumpe kann bereits während des Gefrierens mit geschlossenem Drucksteuerventil betrieben werden. Die Vakuumpumpe sollte mindestens 15 Minuten warmlaufen bzw. vor dem Beginn der Haupttrocknung eingeschaltet werden.

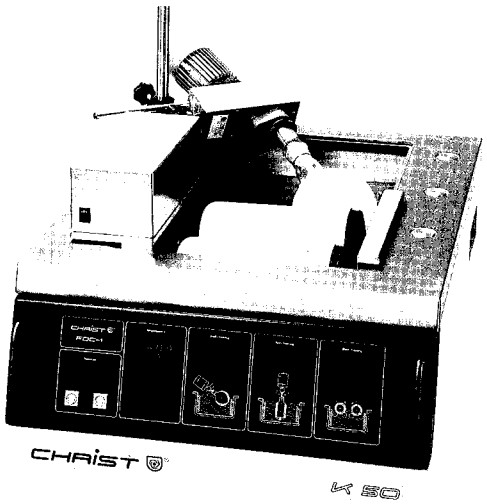
Unter Umständen ist es möglich, dass während der Haupttrocknung das Vakuum in der Eiskondensatorkammer bzw. in der Trocknungskammer ansteigt, obwohl das Ventil zur Vakuumpumpe geschlossen ist. Dies ist physikalisch auf die Pumpwirkung des Eiskondensators zurückzuführen ("Cryo-Pumping-Effect").

2.3. Gefrieren

Das Gefrieren des Gutes erfolgt in kleineren Mengen innerhalb der Eiskondensatorkammer der **ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC** . Größere Mengen werden z. B. in einer Tiefkühltruhe vorgefroren.

Sollen Flüssigkeiten in einer Schicht von größer als 1 cm in Flaschen getrocknet werden, so empfehlen wir, das Einfrieren mit einer Shell- oder Spin-Freezing-Vorrichtung (siehe Bild) in einem Kühlbad vorzunehmen. Durch die Zentrifugalkraft steigt die einzufrierende Flüssigkeit am Innenmantel der Flasche hoch und friert fest. Durch dieses Einfrierverfahren wird die Schichtstärke reduziert und damit die Gesamttrocknungszeit wesentlich verkürzt.





Es kann auf das Gefrieren in der Anlage verzichtet werden, wenn das Gut z. B. in einer Tiefkühltruhe vorgefroren bzw. gelagert wird. In diesem Fall ist es vor allem bei geringen Füllmengen zweckmäßig, die Stellflächen mit vorzukühlen, um ein partielles Antauen während der Evakuierung zu vermeiden.

Eventuelle Wasserrückstände müssen aus der Eiskondensatorkammer entfernt werden. Das Ablassventil und das Belüftungsventil werden geschlossen.

Der Schliffstopfen der Trocknungskammer muss mit Hochvakuumfett eingefettet sein!

Eine Schichtstärke des Produktes von 1 - 2 cm sollte nicht überschritten werden, da sonst die Trocknungsdauer ungünstig beeinflusst wird.

2.4. Haupttrocknen

Die Vakuumpumpe wird zugeschaltet.

Bemerkung:

Bei z.B. lösungsmittelhaltigem Ausgangsgut oder einem Gut mit hoher Salzkonzentration kann ein Auftauen während des Trocknungsprozesses möglich sein (deutlich zu beobachtendes Aufschäumen). In diesem Fall ist es erforderlich, das Gut möglichst tief einzufrieren, z. B. in Flüssig-Stickstoff.

Achtung:

Ausgangsgut mit z. B. hoher Lösungsmittelkonzentration oder säurehaltiges Gut können nicht ohne besondere Schutzmaßnahmen und apparative Vorkehrungen, wie z. B. zusätzliche LN_2 Kühlfalle zum Schutz der Vakuumpumpe getrocknet werden (ggf. Rückfrage im Werk).Alternativ können chemiebeständige Vakuum-Hybridpumpen (z. B. RC-5) eingesetzt werden.

Besondere Vorsicht ist bei der Handhabung mit Aziden geboten, da sich in Verbindung mit Kupfer oder Buntmetallen ein gefährlicher Sprengstoff bildet! Eine Rückfrage im Werk ist unbedingt erforderlich!

Sobald die Sublimation des Wasserdampfes aus dem gefrorenen Gut einsetzt, wird dem Gut Wärme entzogen und damit weiter abgekühlt.

Zu Beginn der Trocknung wird die maximale Sublimationsgeschwindigkeit erreicht.

In Abhängigkeit von der Sublimationsgeschwindigkeit steigt die Eiskondensatortemperatur und damit der Druck in der Trocknungs- bzw. Eiskondensatorkammer.

Die Dauer der Haupttrocknung hängt im wesentlichen ab von:

- der Schichtstärke des Ausgangsgutes,
- dem Feststoffgehalt des Ausgangsgutes,
- der Wärme, die dem Gut während der Trocknung zugeführt wird,
- dem Druck, der während der Trocknung in der Trocknungskammer herrscht.

Mit steigendem Druck (nicht Vakuum!) erhöht sich die Sublimationsgeschwindigkeit und die Trocknungszeit wird verkürzt.

Der während der Haupttrocknung anfallende Wasserdampf wird nicht von der Vakuumpumpe abgesaugt, sondern vom Eiskondensator aufgenommen.

Aufgabe der Vakuumpumpe ist es, den Partialdruck der unkondensierbaren Gase zu senken, so dass der Wasserdampftransport vom Produkt zum Eiskondensator stattfinden kann.

Geringe Mengen Wasserdampf werden jedoch auch von der Vakuumpumpe abgesogen. Die Vakuumpumpe ist daher mit einer Gasballasteinrichtung ausgerüstet.

Bei geöffnetem Gasballastventil werden die abgesogenen kondensierbaren Dämpfe zusammen mit der Luft aus der Auspuffleitung ausgestoßen.

Das Gasballastventil muss aus diesem Grund während der Haupttrocknung geöffnet sein!

Lediglich zur Nachtrocknung kann das Gasballastventil geschlossen werden.

Während der Haupttrocknung wird die Feuchte durch Sublimation, während der Nachtrocknung die gebundene Feuchte durch Desorption entfernt.

Diese geringe Menge an Wasserdampf während der Nachtrocknung kann die Vakuumpumpe auch bei geschlossenem Gasballastventil aufnehmen (für einige Stunden).

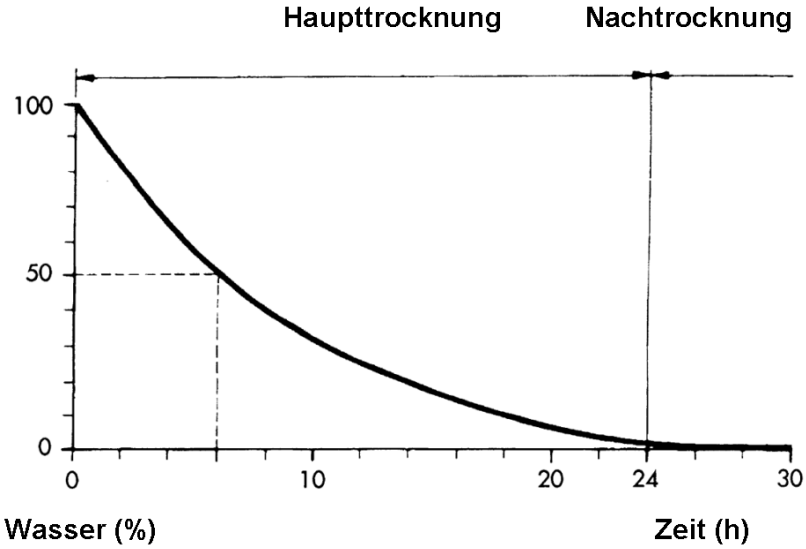
Allgemein kann auf den Betrieb mit geschlossenem Gasballastventil verzichtet werden. Die von uns empfohlene Vakuumpumpe erreicht bereits mit geöffnetem Gasballastventil einen Enddruck, welcher bei dem erreichbaren Wasserdampfpartialdruck liegt.

Der Restfeuchtegehalt des Trocknungsgutes ist im wesentlichen abhängig:

- von der Temperatur des Trocknungsgutes während der Nachtrocknung,
- von dem Endvakuum, welches während der Nachtrocknung erzielt wird.

Das Ende der Haupttrocknungsphase ist erreicht, wenn Produkttemperatur und Stellflächentemperatur annähernd gleich sind. (Temperaturdifferenz zwischen Stellfläche und Produkt ca. 3K bis 5K) Soll auch das adsorptiv gebundene Wasser aus dem Produkt entfernt werden, kann zur Nachtrocknungsphase übergegangen werden.

Der Trocknungsverlauf von einer Substanz mit einem Feststoffgehalt von ca. 10% ist in dem nachfolgenden Bild dargestellt. Im ersten Viertel der Haupttrocknung fallen bereits 50% Wasser an, im nächsten Viertel erneut 50% des verbleibenden Wassergehalts usw., bis sich die Trocknungskurve asymptotisch der Zeitachse nähert. Dieser typische Trocknungsverlauf ergibt sich dadurch, dass sich die Sublimationsebene in das Produkt zurückzieht und der anfallende Wasserdampf durch die bereits getrockneten Schichten geführt wird. Mit zunehmender Trocknung wird der innere Widerstand größer. der Trocknungsverlauf wird im wesentlichen durch die Sublimationswärme und die Wasserdampftransportgeschwindigkeit bestimmt. Um das spez. Wärmeleitvermögen des zu trocknenden Materials zu erhöhen und möglichst kleine Dampfvolumina zu schaffen, soll so nah wie möglich am eutektischen Punkt getrocknet werden.



Die benötigte Trocknungszeit ist sehr stark vom Trocknungsvakuum abhängig. Je weiter das Vakuum dem Erstarrungspunkt gemäß Dampfdruckkurve über Eis angenähert wird, desto kürzer ist die Trocknungszeit.

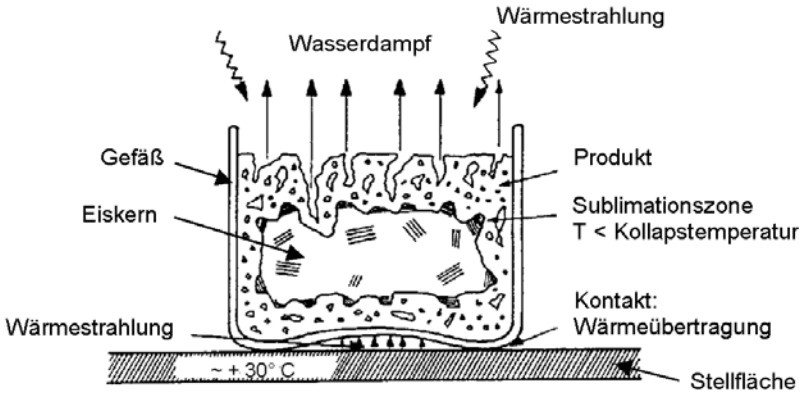
Interessante Zusammenhänge :

1,0	Gramm Eis nimmt bei		
1,0	mbar ein Volumen von	1	m³ Dampf
0,1	mbar ein Volumen von	10	m³ Dampf
0,01	mbar ein Volumen von	100	m³ Dampf ein

Energiezufuhr beim Trocknen

Die zur Sublimation erforderliche Energie wird dem Produkt über unmittelbare Wärmeleitung im Trocknungsraum, Gasströmung oder Strahlung zugeführt. In den gängigen Gefriertrocknungsanlagen stehen Wärmeleitung und Gasströmung im Vordergrund. Die Zusammenhänge sind im folgenden Bild dargestellt.

Wirkungsweise der Gefriertrocknung in einer Produktschale



Die Wärmeleitung erfolgt von den beheizten Stellflächen über direkten Kontakt mit dem Gefäßboden und / oder über Wärmestrahlung zwischen Stellfläche und Gefäß bzw. Produkt.

Zu Beginn der Sublimation ist die Übertragung von der Gefäßwand auf das gefrorene Produkt recht wirksam. Allerdings wird sich bald eine Zone eisfreien, porösen Trockengutes bilden, die einen entsprechenden Temperaturgradienten von der Gefäßwand in das Produkt aufweist. Die schlechte Wärmeleitung des bereits getrockneten Produkts kann zu einem Anstieg der Temperatur des Eiskerns führen. Steigt die Kerntemperatur über die Erstarrungstemperatur taut das Produkt an, dies gilt insbesondere für inhomogene Produkte und bei großen Schichtdicken. In dieser Phase der Trocknung ist auf eine dosierte Energiezufuhr und eine exakte Temperatur- und Drucküberwachung zu achten.

2.5. Nachtrocknen

Der Enddruck, welcher sich in der Trocknungskammer einstellt, ist von der Eiskondensatortemperatur entsprechend der Dampfdruckkurve über Eis abhängig:

z. B. 1,030 mbar entspricht -20°C

0,370 mbar entspricht -30°C

0,120 mbar entspricht -40°C

0,040 mbar entspricht -50°C

0,011 mbar entspricht -60°C

Wird eine Eiskondensatortemperatur von tiefer als -50°C und ein Druck von kleiner als 0,120 mbar erreicht, ist die Anlage funktionstüchtig.

Diese Differenz bei leerer, nicht mit Produkt befüllter Anlage ist im wesentlichen dadurch bedingt, dass der Enddruck, welcher sich im System einstellt, von der wärmsten mit Eis beaufschlagten Stelle des

Eiskondensators bestimmt wird. Des weiteren wird diese Differenz auch durch Rückstände oder Anteile von Lösungsmitteln im Produkt mit einem höheren Dampfdruck beeinflusst.

2.6. Trocknungsende und Belüften

Eine grobe Aussage über das Trocknungsende lässt sich anhand des Vakuums und der Eiskondensatortemperatur machen. Der Eiskondensator wird nicht mehr belastet und erreicht die Endtemperatur von ca. -55°C bzw. -85°C. Der Druck in der Trocknungskammer sinkt entsprechend der Eiskondensatortemperatur.

Die Vakuumpumpe wird abgeschaltet und die Trocknungskammer über ein Gummiventil oder das Belüftungsventil belüftet. Es ist möglich die Anlage über das Belüftungsventil statt mit Luft, mit Stickstoff oder einem anderen Inertgas zu "belüften".

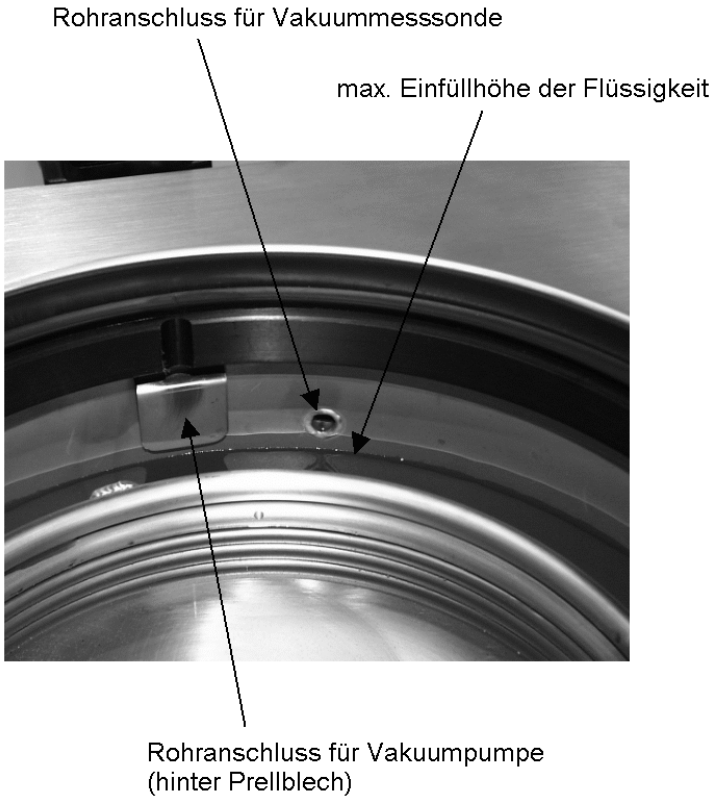
Anschließend wird die Anlage abgeschaltet und das Produkt wird entnommen.

2.7. Abtauen

Das Abtauen des Eiskondensators erfolgt bei Raumtemperatur oder mit warmen Wasser. Die Eiskondensatorkammer darf max. bis zur Hälfte mit Wasser gefüllt werden.

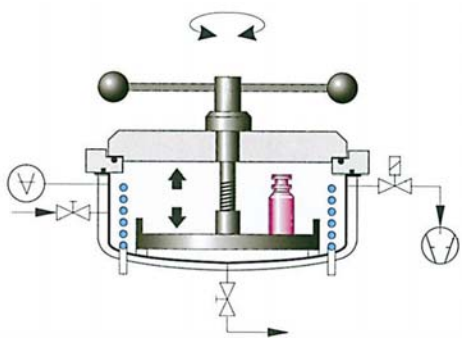
Beim Abtauen des Eiskondensators mit (warmen) Wasser ist unbedingt darauf zu achten, dass kein Wasser in den Rohranschluss für die Vakuumpumpe und Vakuummesssonde gelangt (siehe Bild)!

Über das Ablassventil an der linken Seite der Anlage wird das Kondensat und Abtauwasser abgelassen. Dazu wird ein Schlauch auf die Schlauchtülle gezogen. Das Kondensat und Abtauwasser wird in einem Behälter aufgefangen.



3. Beschreibung der Gefriertrocknungsverfahren

3.1. Gefrieren und Trocknen innerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren A) auf einer temperierbaren Stellfläche



Zunächst werden eventuelle Wasserrückstände aus der Eiskondensatorkammer entfernt. Dazu wird das Ablassventil geöffnet, so dass die Wasserrückstände abfließen können. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Mit der Verschlussvorrichtung (Option) können innerhalb der Eiskondensatorkammer Injektionsflaschen unter Vakuum oder Inertgas mit gerillten Gummistopfen verschlossen werden. Dazu werden die Stellflächen über einen Spindeltrieb mit einer Druckplatte zusammengefahren. (Bei der Trocknung außerhalb der

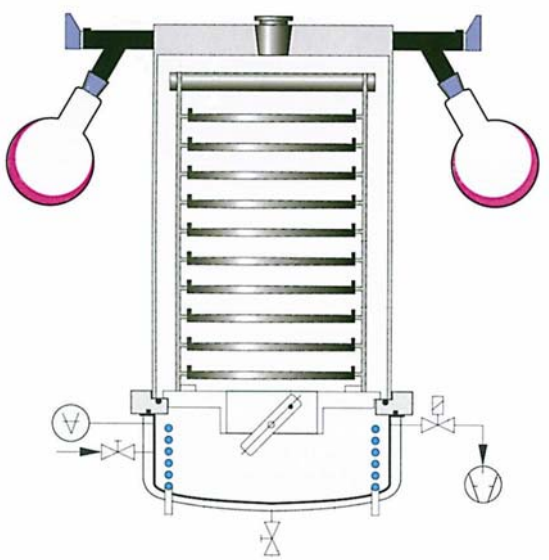
Eiskondensatorkammer können max. 4 Stellflächen eingesetzt werden.)

Nach beendeter Trocknung wird der Hebel der Drehdurchführung nach rechts gedreht, bis ein Widerstand zu verspüren ist.

Zum Verschließen der Fläschchen muss die Stellfläche voll beschickt werden. Bei kleineren Mengen müssen mindestens 3 Distanzstücke (entsprechend der Fläschchenhöhe mit eingedrücktem Gummistopfen) gleichmäßig verteilt werden.

Entsprechende Distanzstücke fertigen wir auf Anfrage.

3.2. Gefrieren separat und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B) auf beheizbaren Stellflächen



Wahlweise kann die Trocknung auch außerhalb der Eiskondensatorkammer erfolgen. Dabei wird das Trocknungsgut zunächst z. B. in einer Tiefkühltruhe eingefroren.

Eventuelle Wasserrückstände werden aus der Eiskondensatorkammer entfernt. Dazu wird das Ablassventil geöffnet, so dass die Wasserrückstände abfließen können. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Das Tragegestell wird auf die Bodenplatte oder das Zwischenventil mit Bodenplatte gesetzt. Bei kleineren Proben ist es zweckmäßig, die Stellflächen mit vorzukühlen, um ein partielles Antauen während der Evakuierung zu vermeiden.

Die Versorgung der Stellflächen mit dem erforderlichen Heizstrom erfolgt über zwei Verbindungskabel mit "Bananensteckern". Die Verbindungskabel werden in die beiden Buchsen der Stromdurchführung und in die vorgesehenen Bohrungen am Tragegestell oder der Verschlussvorrichtung gesteckt.

Zur Temperaturregelung der Stellflächen muss **eine Stellfläche** mit Messfühler angeschlossen sein. Der Stecker der Stellfläche mit Messfühler wird in die Buchse der vakuumdichten Stromdurchführung gesteckt.

Sämtliche Stellflächen werden mit gleicher Heizleistung versorgt. Der unterschiedliche Wärmebedarf der oberen und unteren Stellfläche kann nicht berücksichtigt werden. Damit ist unvermeidlich, dass geringe Temperaturdifferenzen zwischen den Stellflächen auftreten.

Bei separatem Gefrieren und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer wird direkt mit der Haupttrocknung begonnen. Sofern die Anlage mit einem Drucksteuerventil ausgerüstet ist, wird die Vakuumpumpe bereits zugeschaltet und läuft warm.

Sobald die Stellflächen mit den vorgefrorenen Proben eingesetzt sind, wird die Anlage mit der Trocknungskammer verschlossen.

In der Anlagensteuerung muss die Prozessphase Haupttrocknung aktiviert werden, so dass das Drucksteuerventil öffnet und die Haupttrocknung beginnt.

Nachdem der vorgewählte ***"Sicherheitsdruck Heizung"*** unterschritten wurde, schaltet die Heizung für die Stellflächentemperierung zu. Die Heizung bleibt eingeschaltet, bis der gewünschte Sollwert der Stellfläche erreicht ist.

3.3. Gefrieren separat und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B) mit Verschlussvorrichtung

Eventuelle Wasserrückstände werden aus der Eiskondensatorkammer entfernt. Dazu wird das Ablassventil geöffnet, so dass die Wasserrückstände abfließen können. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Das Tragegestell wird auf die Bodenplatte oder das Zwischenventil mit Bodenplatte gesetzt.

Mit der Verschlussvorrichtung können, je nach verwendeter Ausführung, auf 1 bis max. 2 Stellflächen bzw. auf 1 bis max. 4 Stellflächen Injektionsfläschen unter Vakuum oder Inertgas mit gerillten Gummistopfen verschlossen werden. Dazu werden die Stellflächen über einen Spindeltrieb mit einer Druckplatte zusammengefahren.

Die Höhe der Druckplatte muss entsprechend der Höhe der Fläschchen eingestellt werden. Dazu wird der Gewindestift für die Höhenverstellung entfernt. Die Gewindestange wird so weit in die untere Stellfläche geschraubt, bis der geschlitzte Kopf der Gewindestange eine Höhe mit dem Gestell bildet (jeweils Oberkante).

Die Druckplatte wird nun mit dem Gewindestift so befestigt, dass sie möglichst auf dem Gummistopfen oder kurz darüber liegt. Bei Verwendung von zwei oder mehr Stellflächen wird jede weitere Stellfläche ebenso wie die Druckplatte direkt oder mit geringem Abstand auf die Gummistopfen gesetzt.

Anstelle des Stopfens wird die vakuumdichte Drehdurchführung in den Innenschliff der Trocknungskammer gesetzt. Der Schliff der Drehdurchführung wird vor dem Einsetzen mit Vakuumfett eingefettet.

Nach beendeter Trocknung wird der Hebel der Drehdurchführung nach rechts gedreht, bis ein Widerstand zu verspüren ist.

Zum Verschließen der Fläschchen müssen die Stellflächen voll beschickt werden. Bei kleineren Mengen müssen pro Stellfläche mindestens 3 Distanzstücke (entsprechend der Fläschchenhöhe mit eingedrücktem Gummistopfen) gleichmäßig verteilt werden.

Entsprechende Distanzstücke fertigen wir auf Anfrage.

3.4. Gefrieren separat und Trocknen von Flüssigkeiten in Kolben (Verfahren B)

Eventuelle Wasserrückstände werden aus der Eiskondensatorkammer entfernt. Dazu wird das Ablassventil geöffnet, so dass die Wasserrückstände abfließen können. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Für die Trocknung außerhalb der Eiskondensatorkammer stehen diverse Trockenrechen und aufsetzbare Trocknungskammern mit der Anschlussmöglichkeit von Gummiventilen zur Verfügung (siehe Zubehörkatalog). Die Trocknungskammer mit Anschlüssen für Gummiventile wird direkt auf den Dichtring in der Grundplatte aufgesetzt. Trockenrechen mit Normschliff NS 45/40 werden über den Innenschliff des Acrylglasdeckels angeschlossen.

Um einen vakuumdichten Anschluss zu gewährleisten und das Entfernen der entsprechenden Zubehörteile zu erleichtern, müssen die Schliffkerne vor dem Einsetzen mit Vakuumfett dünn eingefettet werden. Das Zubehörteil wird dann leicht aufgesetzt und um 360° gedreht. Damit wird das Fett gleichmäßig verteilt.

Vor jedem weiteren Einsetzen sind die Schliffe zu reinigen und einzufetten.

Bevor mit der Trocknung begonnen wird, ist zu überprüfen, ob sämtliche Ventile geschlossen sind.

In der Anlagensteuerung muss die Prozessphase Haupttrocknung aktiviert werden, so dass das Drucksteuerventil öffnet und die Haupttrocknung beginnt.

Achtung:

Erst nachdem ein Druck von 1,030 mbar unterschritten ist, können die eingefrorenen Proben an die Ventile angeschlossen werden.

Flüssigkeiten werden in Kolben nach dem Shell-Freezing-Prinzip, von Hand oder mit einer Drehvorrichtung eingefroren. Durch diese Einfrierverfahren wird die Schichtstärke reduziert und damit die Trocknungszeit wesentlich verkürzt.

Bei den meisten zur Verfügung stehenden Rechen bzw. Ventilen ist ein kontinuierliches Anschließen und Entnehmen von Kolben während der Trocknung gestattet. Jeder Anschluss besitzt ein Absperr- und Belüftungsventil.

Sollten die Gummiventile oder Edelstahlventile schwergängig geworden sein, müssen die Ventile zerlegt, gereinigt, mit Vakuumfett leicht eingefettet und wieder zusammengebaut werden.

Es ist ebenfalls möglich pro Gummiventil ein Verteilerstück für 15 Ampullen anzuschließen

Über das Verteilerstück können max. 15 Ampullen gleichzeitig im Kühlbad eingefroren und am Trockenrechen angeschlossen werden.

3.5. Gefrieren separat und Trocknen von Flüssigkeiten in Ampullen (Verfahren B)

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Der Trockenrechen ist für den Anschluss von max. 48 Ampullen mit Blindstopfen versehen, so dass der Rechen bereits vorevakuiert werden kann.

Mit der mitgelieferten Schlauchklemme wird der erste Schlauch in der Mitte abgeklemmt und der Blindstopfen entfernt. Das Vakuum bleibt im System erhalten.

Die Flüssigkeit in der Ampulle wird entweder unter Drehung in einem Kühlbad eingefroren oder das Einfrieren erfolgt in einer Tiefkühltruhe.

Wenn ein schockartiges Einfrieren gewünscht wird, empfehlen wir, das Einfrieren in flüssigem Stickstoff oder in einem Kühlbad vorzunehmen.

Die Ampulle wird dann an den Schlauch angeschlossen und die Schlauchklemme entfernt. Damit wird der Partialdruck in der Ampulle schlagartig gesenkt, und ein partielles Antauen während des Evakuierens wird vermieden.

Nach diesem Verfahren wird eine Ampulle nach der anderen angeschlossen.

Das Abschmelzen erfolgt in gleicher Weise. Das Schlauchstück der abzuschmelzenden Ampulle wird abgeklemmt und die Ampulle unter Vakuum mit der Gebläselampe abgeschmolzen.

Sollte die betreffende Ampulle beim Abschmelzen zu Bruch gehen, so wird durch das Absperren mit der Schlauchklemme ein Aufheben des Vakuums im Trocknungsraum vermieden.

Der Rest der abgeschmolzenen Ampulle wird entfernt und das Schlauchstück mit einem Blindstopfen verschlossen.

In dieser Weise kann eine Ampulle nach der anderen abgeschmolzen werden bzw. neue Ampullen angeschlossen werden.

4. Aufstellung und Inbetriebnahme

4.1. Aufstellungsort

ACHTUNG! Es dürfen keine Papiere, Tücher oder ähnliches hinter die Anlage geschoben werden, da sonst die Luftzirkulation des Kälteanlagen-Wärmetauschers nicht mehr gegeben ist.

Die Gefriertrocknungsanlage soll in Waage aufgestellt werden. Die Umgebungstemperatur sollte min. +10°C bis max.+32°C betragen.

Die Kältemaschine der Gefriertrocknungsanlage wird luftgekühlt. Eine ausreichende Luftzirkulation muss sichergestellt sein. Die Anlage sollte möglichst frei und mindestens 30 cm von der Wand entfernt aufgestellt werden. Die Aufstellung sollte nicht in der Nähe von Heizkörpern oder Wärmequellen erfolgen, und eine direkte Sonneneinstrahlung muss vermieden werden.

Bei unzureichender Luftzirkulation und/ oder zu hoher Umgebungstemperatur steigen die Temperatur und der Druck im Kühlsystem. Dies kann beim Überschreiten des maximal zulässigen Betriebsdrucks zum Ausfall der Kälteanlage führen.

Am Aufstellungsort werden folgende Anschlüsse benötigt:

4.2. Netzanschluss

Die auf dem Typenschild angegebene Betriebsspannung muss mit der örtlichen Versorgungsspannung übereinstimmen.

CHRIST-Gefriertrocknungsanlagen sind Geräte der Schutzklasse I und haben ein dreiadriges Anschlusskabel mit einem Schutzkontaktstecker.

4.3. Sicherung bauseits

Die Gefriertrocknungsanlage ist typisch mit jeweils 16 AG abzusichern.

4.4. Schutzleiterprüfung

Zur Schutzleiterprüfung befindet sich an der Rückwand der Gefriertrocknungsanlage eine Potentialausgleichsschraube. Mit entsprechendem Messgerät kann eine Schutzleiterprüfung durchgeführt werden.

4.5. Belüftung

Über das Belüftungsventil oben, an der linken Seite der Anlage, wird die Eiskondensatorkammer belüftet.

Sollen z. B. Penicillinfläschen unter Stickstoffatmosphäre statt unter Vakuum verschlossen werden, kann über die Schlauchtülle des Belüftungsventils die Eiskondensatorkammer mit Stickstoff geflutet werden.

ACHTUNG! Überdruck nicht zulässig!

4.6. Kondensat- und Abtauwasser

Über das Ablassventil unten, an der linken Seite der Anlage, wird das Kondensat- und Abtauwasser abgelassen. Dazu wird der im Lieferumfang enthaltene Schlauch auf die Schlauchtülle aufgezogen. Das Kondensat- und Abtauwasser wird in einem Behälter aufgefangen.

Das Kondensat- und Abtauwasser kann direkt über diesen Schlauch zu einem Abfluss geleitet werden. Das Kondensat- und Abtauwasser muss freien Ablauf haben. Hierzu ist es erforderlich, dass der Schlauch mit kontinuierlichem Gefälle verlegt wird. Es muss gewährleistet sein, dass sich keine "Wassersäcke" bilden können.

Das Schlauchende muss sich immer oberhalb des Flüssigkeitsspiegels im Auffanggefäß befinden. Anderenfalls besteht die Gefahr, dass beim Öffnen des Ablassventils durch einen eventuellen Unterdruck Wasser- und Schmutzrückstände in den Eiskondensatorkammer gesogen werden.

4.7. Vakuumpumpenabgase

Während der Haupttrocknung muss die Vakuumpumpe mit geöffnetem Gasballastventil betrieben werden. Der dabei auftretende Ölnebel muss abgeleitet werden.

An dem Auspuffstutzen der Vakuumpumpe RZ-2 oder RC-5 wird ein Schlauch ½" und an dem Auspuffstutzen der Vakuumpumpe DUO 5 oder DUO 10 ein Schlauch ¾" angeschlossen und ins Freie oder in einen Abzug geleitet.

Bei Verlegung der Leitung ist darauf zu achten, dass kein Kondensat aus der Leitung in die Pumpe zurücklaufen kann. Bei steigenden Leitungen ist es am sichersten, wenn ein Abscheider (Woulff'sche Flasche oder Waschflasche) in die Leitung geschaltet wird.

Sollte eine Ableitung des Ölnebels nicht möglich sein, so empfehlen wir, einen Auspufffilter (Ölnebelabscheider) anzubringen. Der Filter verhindert die Luftverschmutzung durch Ölnebel, der von der Pumpe je nach Arbeitsdruck in mehr oder weniger großen Mengen ausgestoßen wird.

Der Filter wird an dem Auspuffstutzens der Vakuumpumpe befestigt.

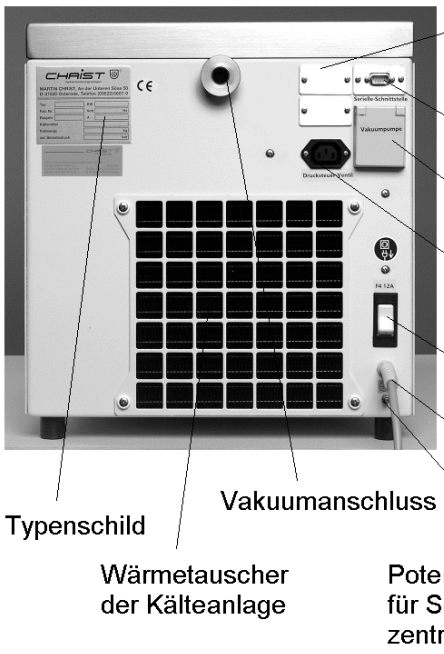
Der Filter ist mit einem Überdruckventil ausgestattet, welches die Filtersättigung anzeigt. Eine Reinigung oder ein Austausch des Filtereinsatzes ist spätestens mit dem Ansprechen des Überdruckventils vorzunehmen. Das gesammelte Öl ist im Schauglas sichtbar und wird an der Ablassschraube abgelassen.

(Bitte separate Bedienungsanleitung der Vakuumpumpe beachten!)

4.8. Erste Inbetriebnahme

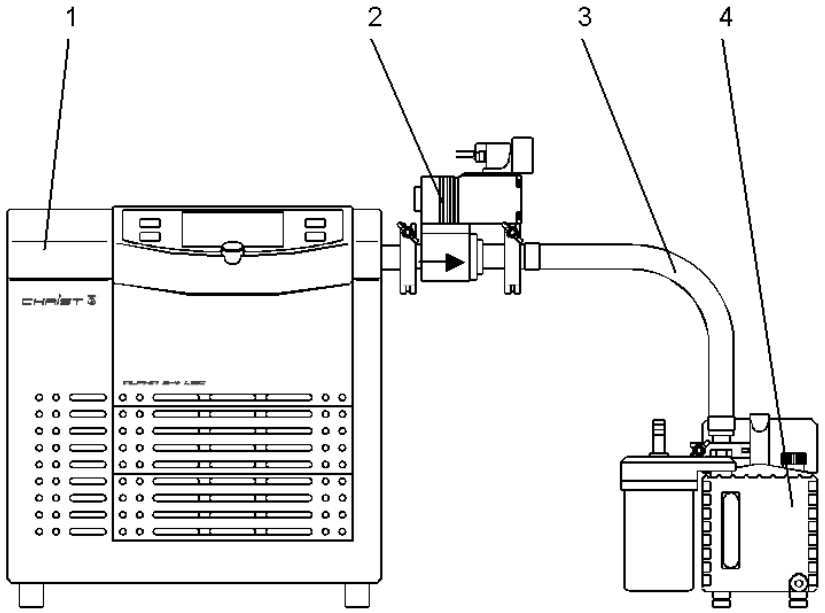
ACHTUNG! Sorgen Sie vor der ersten Inbetriebnahme dafür, dass Ihre Gefriertrocknungsanlage ordnungsgemäß aufgestellt und installiert ist (siehe Punkt 4.1 Aufstellungsort und folgende).

4.8.1. Funktions- und Bedienelemente



4.8.2. Anschluss von Vakuumpumpe und Installation von Zubehörkomponenten

Verfahrensschema ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC



1 ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC
2 Drucksteuer- und Absperrventil
3 Vakuumschlauch
4 Vakuumpumpe

Die Zubehörkomponenten werden gemäß Verfahrensschema mit der Gefriertrocknungsanlage **ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2- 4 LSC** verbunden.

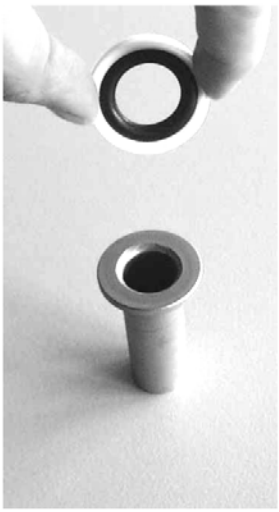
Als Verbindungselemente dienen Zentrier- und Spannringe mit Flügelschrauben (Kleinflansch-Verbindung nach ISO 28403 bzw. DIN 2861, siehe nachfolgende Hinweise).

Hinweise zur Verbindung mit Zentrier- und Spannringen:

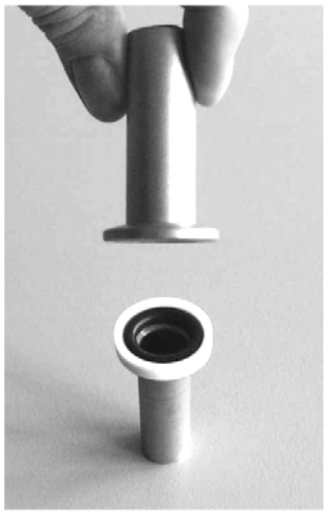
Oftmals sind nicht korrekt sitzende Kleinflanschverbindungen zwischen Aggregaten und Schlauchverbindungen die Ursache für gravierende Vakuumprobleme.

Bitte lösen sie die Verbindung und setzen sie den Zentrierring (mit innenliegendem Dichtring) erneut zentrisch zwischen die zu verbindenden Flanschanschlüsse. Schließen sie dann die Verbindung mit dem Spannring durch Festziehen der Flügelmutter.

Bitte achten sie darauf, dass dabei der Zentrierring nicht verrutscht bzw. verkantet.

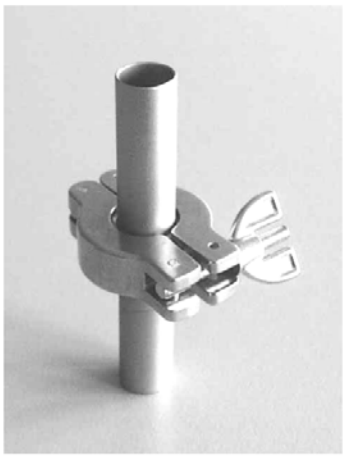


Kleinflansch und Zentrierring



Kleinflansch mit Zentrierring und Kleinflansch

Ansetzen des Spannringes



Festziehen des Spannringes

Ist ein Drucksteuerventil vorhanden, so wird dieses zwischen Gefriertrocknungsanlage und Vakuumpumpe mit eingebaut und in der Kaltgerätesteckdose in der Anlagenrückwand eingesteckt.

Einbaurichtung des Drucksteuer- und Absperrventils beachten

Die Vakuumpumpe wird mit der Anlage verbunden und an die Steckdose in der Anlagenrückwand angeschlossen.

Die Vakuumabgase sollten gefiltert oder abgeleitet werden.

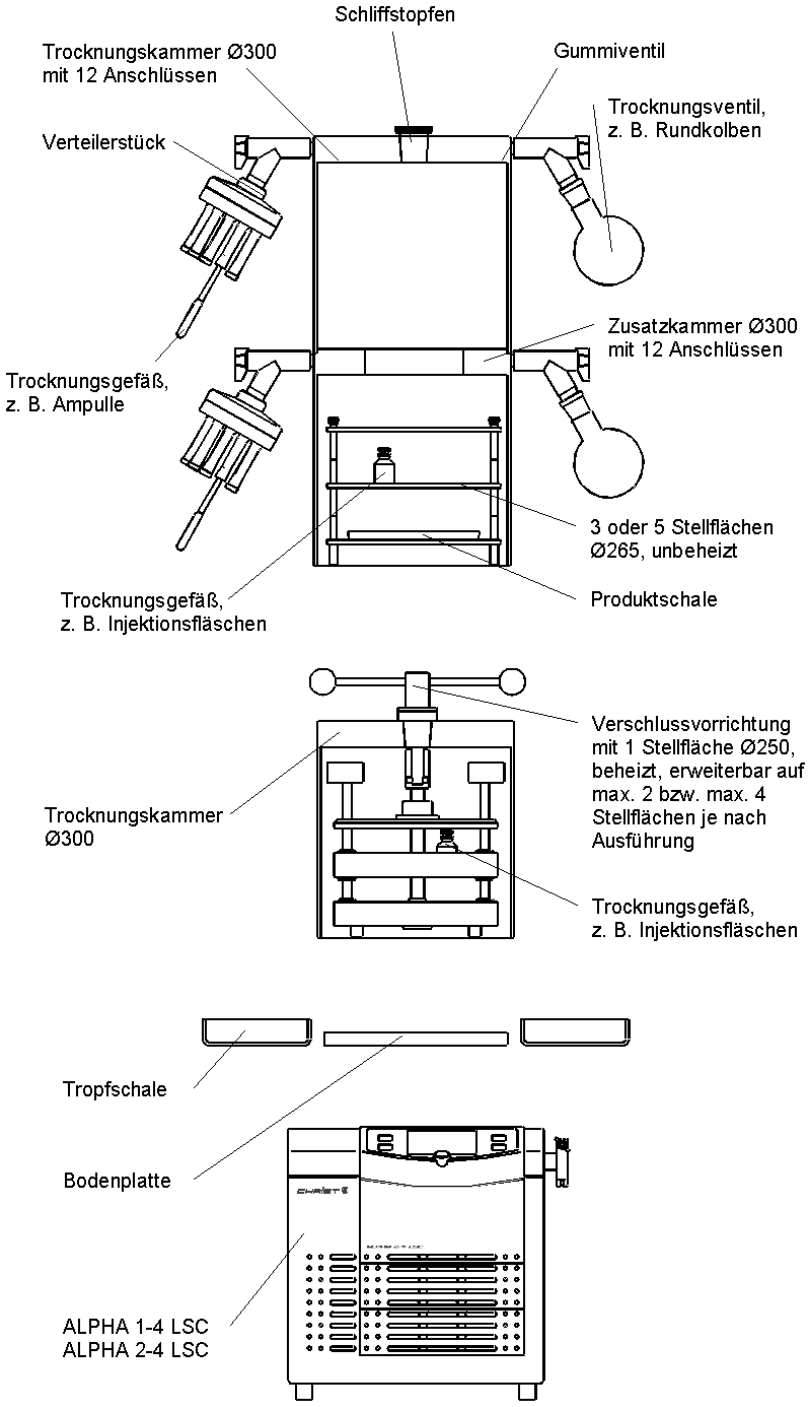
Das Belüftungsventil und das Ablassventil an der linken Seite der Anlage werden geschlossen.

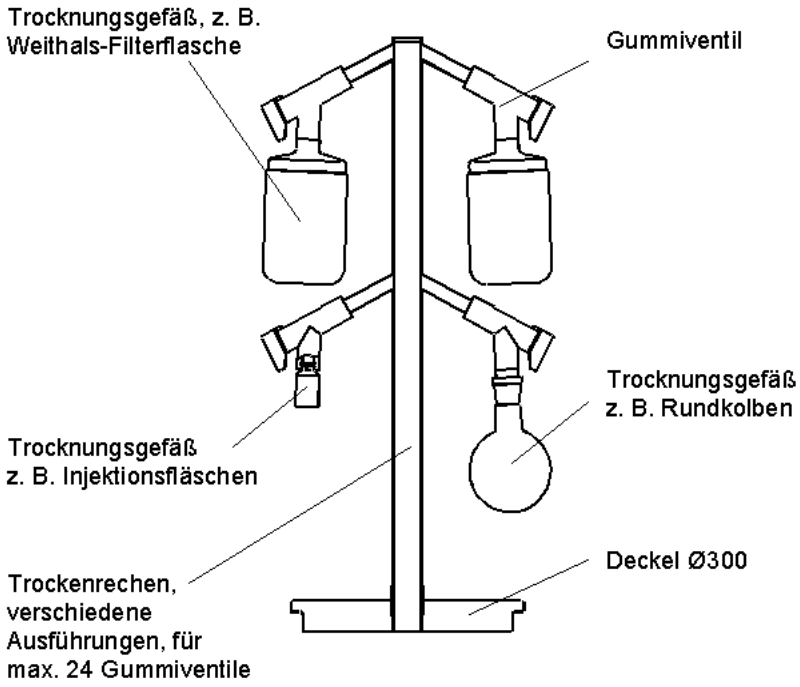
Auf die Eiskondensatorkammer wird die Trocknungskammer oder ein Deckel aufgesetzt.

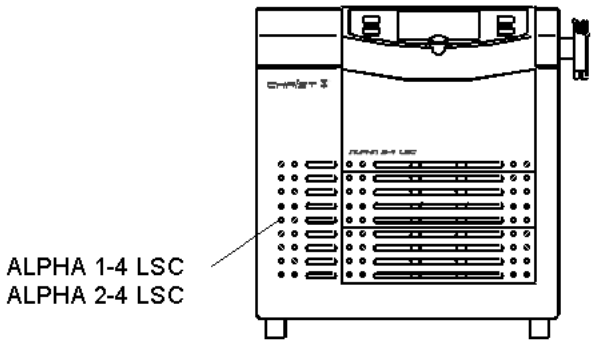
Die evtl. vorhandenen Gummiventile an der Trocknungskammer werden geschlossen.

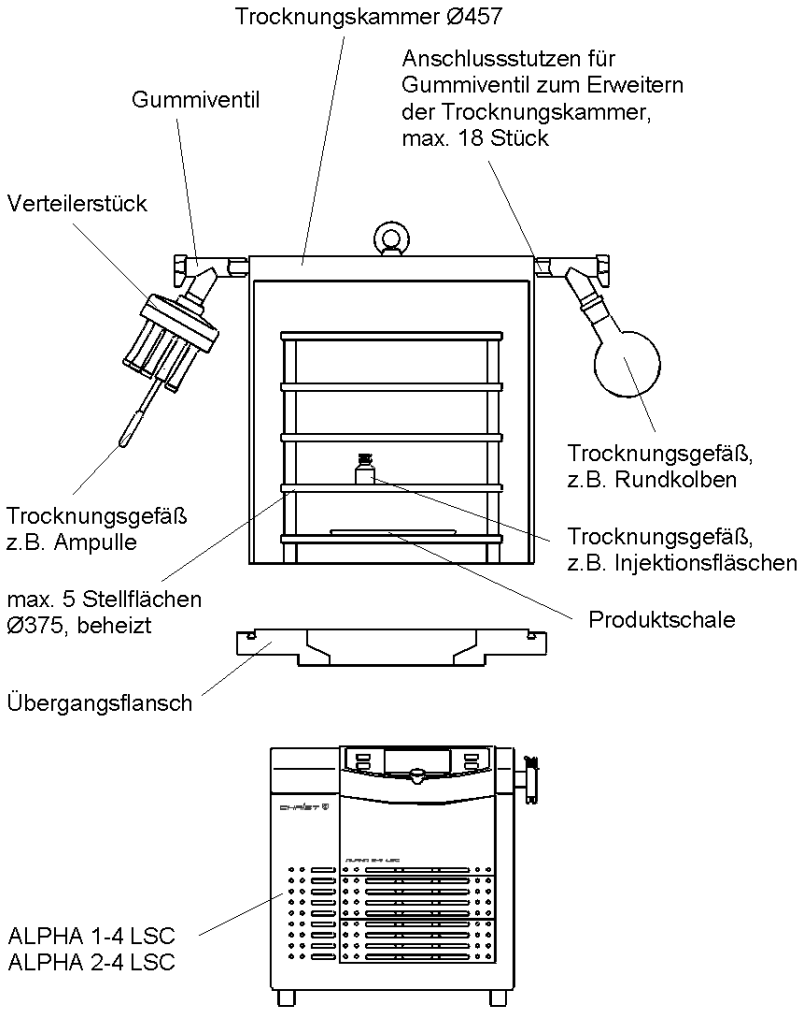
Das weitere Zubehör (z. B. Stellflächen, Anschlüsse für Rundkolben) wird entsprechend dem Lieferumfang komplettiert.

Prinzip-Darstellung der Zubehörelemente




Trocknungsgefäß, z. B.
Weithals-Filterflasche
Gummiventil
Trocknungsgefäß
z. B. Rundkolben
Trocknungsgefäß
z. B. Injektionsfläschen
Deckel Ø300
Trockenrechen,
verschiedene
Ausführungen, für
max. 24 Gummiventile


ALPHA 1-4 LSC
ALPHA 2-4 LSC


Trocknungskammer Ø457
Anschlussstutzen für Gummiventil zum Erweitern der Trocknungskammer, max. 18 Stück
Gummiventil
Verteilerstück
Trocknungsgefäß, z.B. Rundkolben
Trocknungsgefäß z.B. Ampulle
Trocknungsgefäß, z.B. Injektionsfläschen
max. 5 Stellflächen Ø375, beheizt
Produktschale
Übergangsflansch
ALPHA 1-4 LSC
ALPHA 2-4 LSC

4.8.3. Einschalten

Betätigen Sie den Netzschalter an der rechten Seite der Anlage.

Die LSC Anlagensteuerungen führt zunächst eine Eigenprüfung durch. Diese nimmt einige Sekunden in Anspruch.

5. LSC Anlagensteuerung

5.1. Einleitung

LSC (Lyo Screen Control) steht für eine grafikorientierte Benutzeroberfläche zur Steuerung von Gefriertrocknungsprozessen. Die Einknopfbedienung Turn & Push Button ermöglicht eine einfache und intuitive Anlagenbedienung. Die wesentlichen Prozessdaten werden in einer ausführlichen Tabelle oder einem übersichtlich gestalteten Anlagenschema dargestellt.

5.1.1. Das LSC Bedienpanel

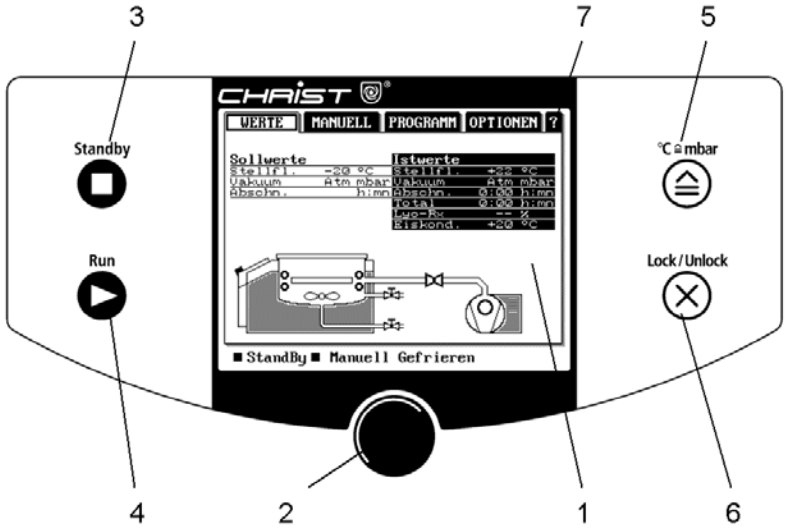


Abb. 1

1. ¼“ VGA LC Display
2. Turn & Push Button ● (Dreh- /Druckknopf)
3. Funktionstaste Standby ■
4. Funktionstaste Run ▶
5. Funktionstaste °C ≙ mbar ⏏
6. Funktionstaste Lock/Unlock ⊗
7. Hilfefunktion ?

5.1.2. Kurzübersicht – Bedienung

Die Bedienung der LSC Anlagensteuerung erfolgt mittels zentral platzierten Turn & Push Button ● und vier seitlich angeordneten Funktionstasten ■ ▶ ⏏ ⊗. Der Turn & Push Button ● ist die wesentliche Bedienungsschnittstelle zur Anlagensteuerung. Durch Drehen des Turn & Push Button ● wird der Focus im Menü oder Fenster auf die gewünschte Funktion positioniert. Ein Drücken des Turn & Push Button ● führt dann die markierte Aktion aus. Auch Parametereingaben (Sollwerte, etc.) erfolgen nach dem gleichen Prinzip.

Den vier Funktionstasten ■ ▶ ⏏ ⊗. sind folgende Aktionen zugeordnet:

- Stanby ■
  Versetzt die Anlage in den Standby Modus, d.h. alle Aggregate werden abgeschaltet. Diese Funktion ist jederzeit verfügbar. Normalerweise wird Sie nach Trocknungsende - vor der manuellen Belüftung - betätigt.
- Run ▶
  Aktiviert die unter „Manuell“ vorgewählte Phase oder ein Programm. Der Phasenwechsel im manuellen Modus erfolgt immer im RUN Zustand. Diese Funktion ist nur freigegeben, wenn keine Menüs oder Fenster geöffnet sind.
- °C≙mbar ⏏
  Die Umrechnungstabelle „Dampfdruck über Eis“ für Wasser wird in einem übergeordneten Fenster geöffnet. Nur im Geräteschema, Wertefenster, Programmgeber oder während der Sollwertänderung verfügbar.
- Lock/Unlock ⊗
  Funktionstasten ■ ▶ ⏏ und der Turn & Push Button ● sind gegen unbeabsichtigtes Betätigen gesperrt. Die Tastensperre wird aktiviert, indem die Taste für ca. zwei Sekunden gedrückt wird. Das Entsperren erfolgt auf die gleiche Art.

5.2. Visuelle Komponenten der LSC Anlagensteuerung

Die Darstellung auf dem LC Display ist in die drei folgenden Bereiche gegliedert:

1. Menüleiste
2. Fensterbereich
3. Statuszeile

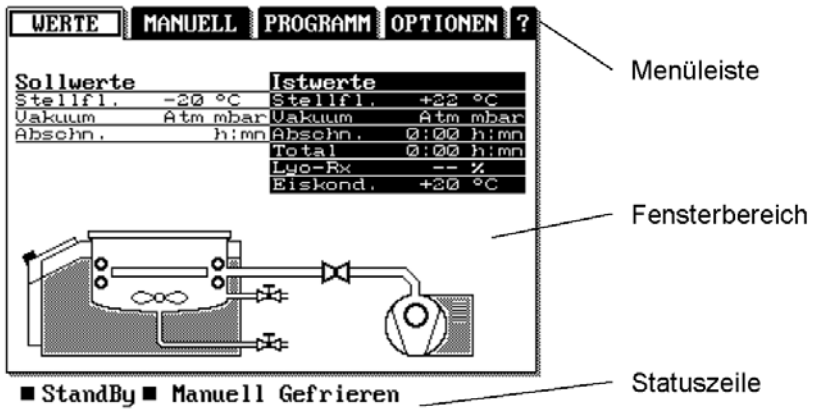


Abb. 2 Darstellung auf dem LC Display

5.2.1. Menüleiste

Die Menüleiste beinhaltet 5 Menüreiter: `WERTE, MANUELL, PROGRAMM, OPTIONEN, ?` (Hilfe). Hinter diesen Menüreitern verbergen sich sämtliche Konfigurationen, Parameter und Betriebsarten der Anlage.

Die Reiter werden mit dem Fokus durch Links- bzw. Rechtsdrehen des Turn & Push Buttons (◉) angesteuert.

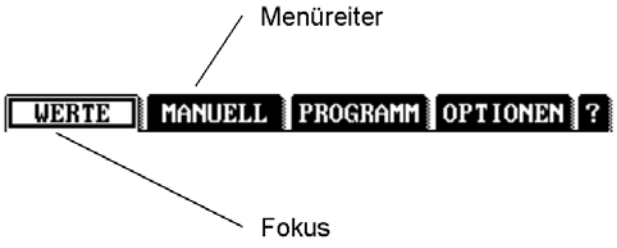


Abb. 3 Fokusbewegung in der Menüleiste

Ein Druck auf die Bestätigungstaste führt dann den markierten Menüreiter aus.

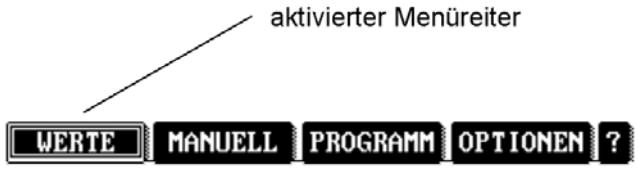


Abb. 4 Markierter Fokus in der Menüleiste

Es öffnet sich nun ein Pop Up Menü oder ein neues Fenster.

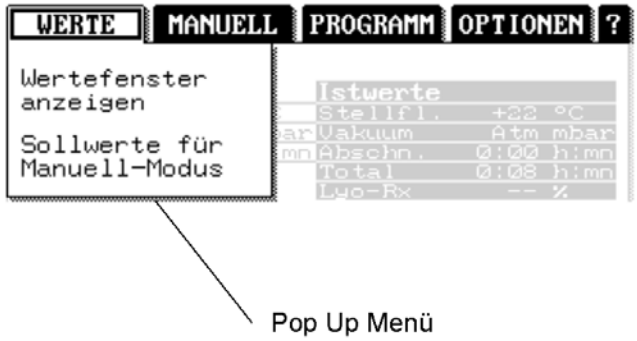


Abb. 5 Darstellung eines Pop Up Menüs

5.2.2. Fensterbereich

Das Hauptfenster belegt den gesamten Fensterbereich. Zur Darstellung von Pop Up Menüs oder Dialogfenster wird das Hauptfenster überlagert, dieses bleibt somit immer im Hintergrund erhalten. Dabei ist zu beachten, das immer nur in dem Fenster, welches sich im Vordergrund befindet, Aktualisierungen vorgenommen werden. Das bedeutet soviel, das z.B. während ein Menü geöffnet ist, die Istwerte im Hauptfenster nicht aktualisiert werden.

Im folgenden werden die unterschiedlichen Arten von Fenstern der LSC Anlagensteuerung beschrieben.

1. Pop Up Menüs
2. Dialogfenster
3. Hauptfenster (nutzen den gesamten Fensterbereich)
   a. Geräteschema
   b. Wertefenster

5.2.2.1. Pop Up Menüs

Es wird zwischen zwei Pop Up Fenstern unterschieden. Pop Up Menüs die aus den Hauptreitern geöffnet werden (Pop Up 1. Ebene) und Pop Up's 2. Ebene die aus einen Pop Up 1. Ebene hervorgehen. Bei Pop Up Fenstern 1. Ebene dient der Hauptreiter immer zum Schließen des Menüs.

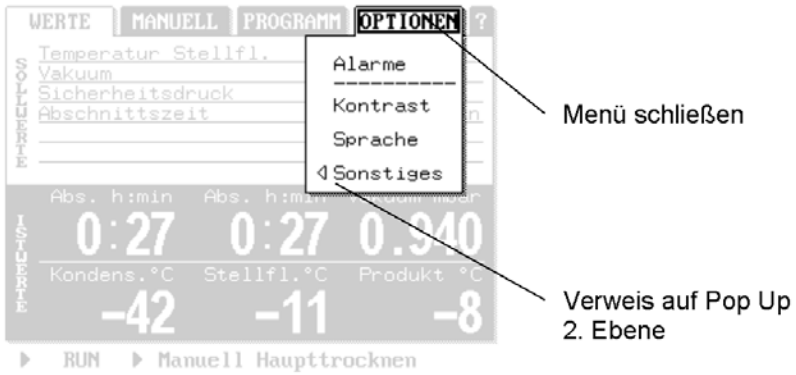


Abb. 6 Pop Up Menü 1. Ebene

Bei Pop Up Fenstern 2. Ebene ist jeweils ein Button Schließen im Menü enthalten. Dabei wird das Menü 2. Ebene geschlossen und zum vorherigen Menüpunkt im Pop Up 1. Ebene zurückgekehrt.

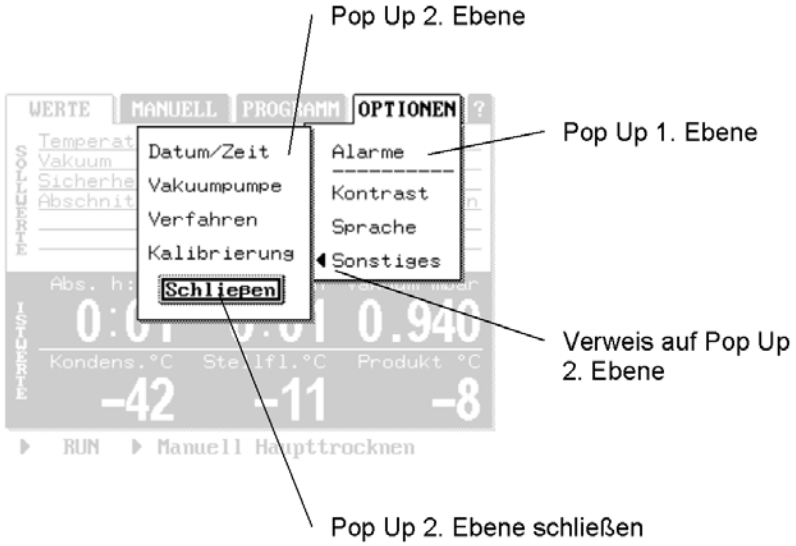


Abb. 7 Pop Up Menü 1. und 2. Ebene

5.2.2.2. Dialogfenster

Dialogfenster dienen zur Parametrierung und Darstellung von Zusatzinformationen (z.B.: Dampfdruckkurve über Eis, Sollwertänderung u.s.w.). Ein Dialogfenster wird i.d.R. aus einem Menü oder von einer Funktionstaste her aufgerufen. Ein Sonderfall ist das Prozess- und Anlageninformationssystem, dieses wird automatisch vom System eingeblendet.

Abb. 8 Dialog Fenster

Dialogfenster bestehen aus folgenden Steuerelementen:

- Button:
  Buttons dienen zum Bestätigen oder zum Schließen eines Fensters.
- Scrollbar:
  Mit Hilfe der Scrollbar werden übergeordnete Parametereingaben vorgenommen.
- Radio Button:
  Durch setzen eines Radio Buttons wird eine entsprechende Konfiguration ausgewählt.
- Parameterfeld:
  Alle weiteren Felder die vom Fokus positioniert werden können, dienen zur Parametereingabe, z.B. für: Sollwerte, Zeitkonstanten u.s.w.

5.2.2.3. Hauptfenster

Geräteschema

Im Geräteschema werden die wesentlichen Prozess- Soll- und Istwerte dargestellt.

Die abgebildeten Sollwerte sind dabei immer auf die vorgewählte bzw. aktive Phase (siehe Statuszeile) bezogen.

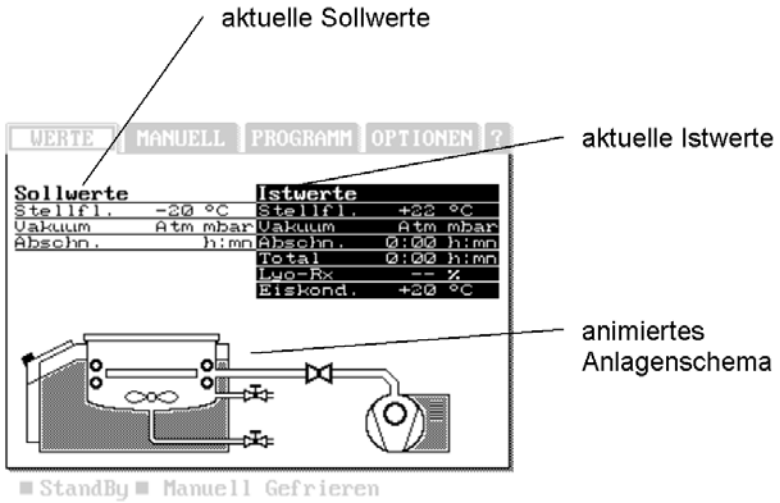


Abb. 9 Darstellung im Geräteschema

Der untere Teil des Fensters zeigt ein animiertes Anlagenschema mit aktiven Komponenten (Symbole). Unter aktiven Komponenten sind Eiskondensator, Vakuumpumpe, Ventile, elektrische Stellflächenheizung und Ventilator Eiskondensatorkammer zu verstehen. Diese Symbole werden bei Aktivität ausgefüllt.

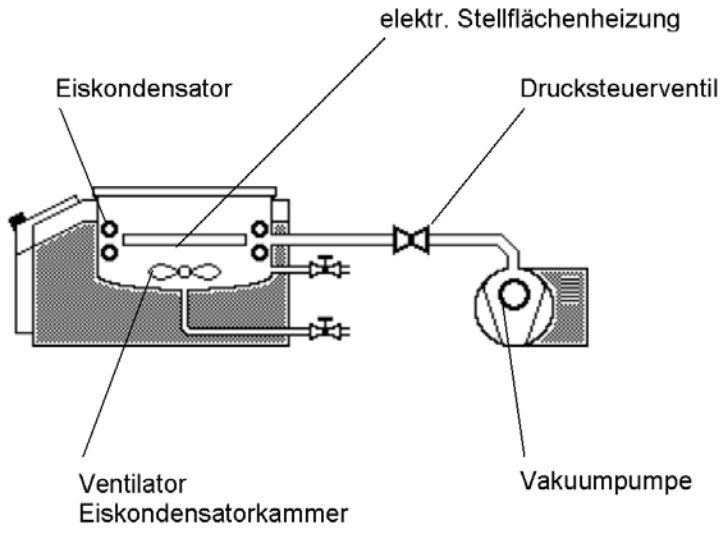


Abb. 10 Anlagenschema der ALPHA 1-4/2-4

Beispiel für aktive Komponenten:

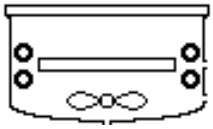


Abb. 11 Eiskondensator und Ventilator Eiskondensatorkammer inaktiv

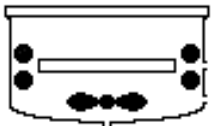


Abb. 12 Eiskondensator und Ventilator Eiskondensatorkammer aktiv

Das Geräteschema wird nach jedem Einschalten der Anlage standardmäßig eingeblendet.

Der Wechsel vom Geräteschema zum Wertefensters ist unter dem Menüpunkt **WERTE** → `Wertefenster anzeigen` zu finden.

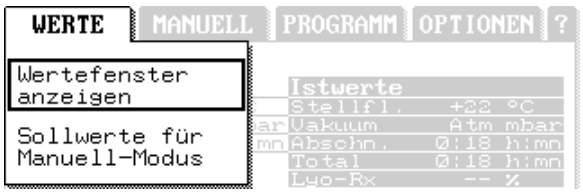


Abb. 13 Wertefenster aufmachen

Wertefenster

Im Wertefenster werden die Soll- und Istwerte des laufenden Prozesses in einer übersichtlichen Darstellung gegenübergestellt.

Abb. 14 Darstellung im Wertefenster

Eine Besonderheit bietet die freikonfigurierbare Istwertanzeige. Der Bediener kann die für ihn wesentlichen Istwerte wählen und an die 6 Istwertpositionen ablegen. Dazu befindet sich unter **WERTE** → `Istwertanzeige konfigurieren` ein Dialogfenster zur Parametrierung der 6 Istwertpositionen.

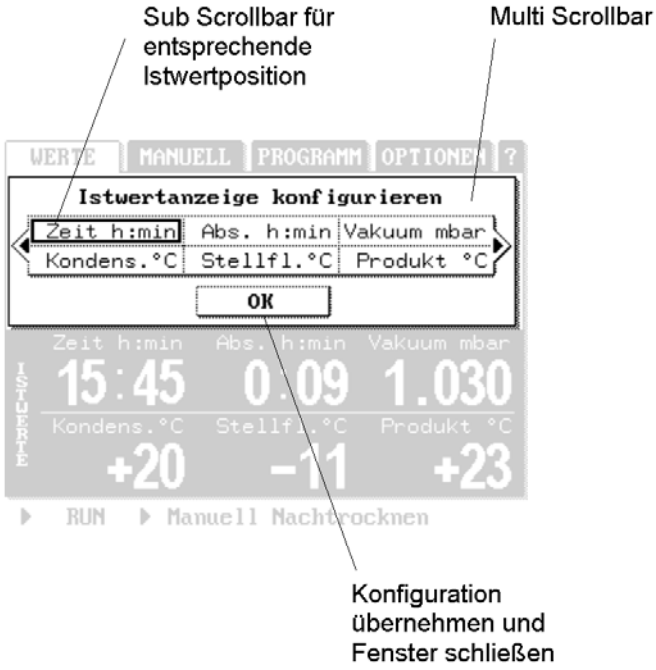


Abb. 15 Dialogfenster zur Konfiguration der 6 Istwertpositionen

Die 6 Sub Scrollbars der Multi Scrollbar spiegeln sich an den 6 Istwertpositionen im Wertefenster wieder.

Folgende Istwerte können in der Sub Scrollbar ausgewählt werden:

- `Zeit h:min` (aktuelle Uhrzeit)
- `Ges. h:min` (Gesamtprozesszeit)
- `Abs. h:min` (Prozessabschnittszeit)
- `Vakuum mbar`
- `Kondens.°C` (Eiskondensatortemperatur)
- `Stellfl.°C` (Stellflächentemperatur)
- `Produkt °C` (Produkttemperatur)
- `Lyo Rx %`
- `Lyo Prod.°C` (Lyo Produkttemperatur)

Soll kein Istwert an einer Position erscheinen, ist `--frei--` anzuwählen.

Der Wechsel vom Wertefenster zum Geräteschema ist unter dem Menüpunkt **WERTE** → Geräteschema anzeigen zu finden.

Abb. 16 Geräteschema aufrufen

5.2.3. Statuszeile

In der Statuszeile werden jederzeit der Betriebszustand und die vorgewählte bzw. aktive Phase angezeigt. Im Programmgeber-Modus werden zusätzlich noch der aktuelle Abschnitt und die Gesamtabschnitte des Programms dargestellt.

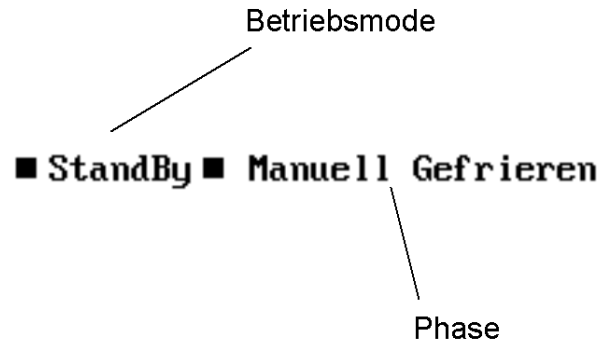


Abb. 17 Statuszeile im Manuell-Mode

5.3. Funktionstasten

Funktionstaste Standby

Mit der Funktionstaste Standby werden alle Aggregate abgeschaltet. Standby ist jederzeit (aus jedem geöffneten Fenster) verfügbar. Normalerweise wird der Prozess nach Trocknungsende - vor der manuellen Belüftung – mit Standby beendet.

Funktionstaste Run

Mit Run wird der Gefriertrocknungsprozess eingeleitet. Im Manuell-Modus werden Aggregate zur vorgewählten Phase zugeschaltet. Wenn zuvor ein Programm gewählt wurde wird dieses im entsprechenden Abschnitt gestartet. Der Phasenwechsel im manuellen Modus erfolgt immer im RUN Zustand. Die Funktion Run

ist nur freigegeben, wenn keine Menüs oder Fenster geöffnet sind, d.h. Run kann nur aus den Wertenfenster oder Geräteschema ausgeführt werden.

Es sei zu beachten, das die Aggregate von der Steuerung zeitlich versetzt eingeschaltet werden. Die Tabelle 1 zeigt diese Einschaltverzögerungen für die Anlagen **ALPHA 1-4 LSC** und **ALPHA 2-4 LSC.**

	Zeitpunkt (sek.)	**Aggregat**
ALPHA 1-4	0	Kältemaschine 1
	5	Vakuumpumpe
	10	alle übrigen Aggregate
ALPHA 2-4	0	Kältemaschine 1
	150	Kältemaschine 2
	155	Vakuumpumpe
	160	alle übrigen Aggregate

Tabelle 1 Einschaltverzögerungen der Aggregate

Funktionstaste Lock/Unlock ⊗

Wenn diese Funktionstaste ⊗ für ca. zwei Sekunden gedrückt bleibt, wird die Anlage gegen unbeabsichtigtes Betätigen gesperrt. D.h. Eingaben vom Turn&Push Button (●) und den drei Funktionstasten ⏺ ⏺ ⏏ werden von der Steuerung ignoriert. Es wird lediglich das folgende Hinweisfenster geöffnet.

Abb. 18 Dialogfenster „Anlage gesperrt“

Die Tastensperre wird durch nochmaliges Betätigen der Funktionstaste ⊗ von ca. 2 Sekunden aufgehoben.

Funktionstaste °C≙mbar ⏏

Über diese Funktionstaste lässt sich die Eiskondensatortemperatur oder das Vakuum in der Trocknungskammer entsprechend der Dampfdruckkurve über Eis mit Hilfe einer Tabelle umrechnen. Die Umrechnung der Dampfdruckkurve dient zur Orientierung und zum Verständnis des Zusammenhanges Druck/Probentemperatur bei der Gefriertrocknung (siehe hierzu Kapitel 2.1.) Zu beachten sei, das die Umrechnungstabelle nur vom Geräteschema, Wertefenster oder von eines der Sollwertefenster eingeblendet werden kann. Sind Pop Up Menüs oder andere Dialogfenster geöffnet, so bleibt diese Funktionstaste gesperrt.

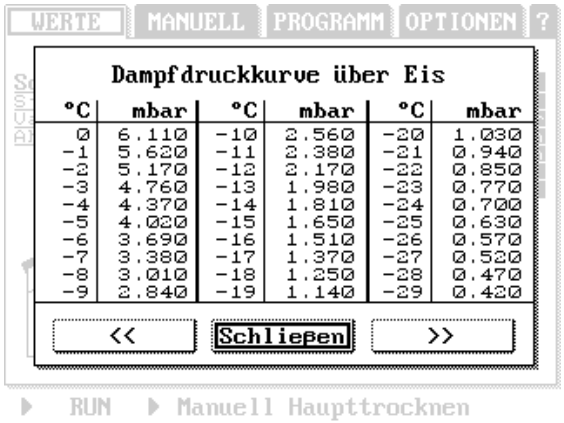


Abb. 19 Tabelle für Dampfdruckkurve über Eis

5.4. Manuell Modus

Der Manuell-Modus dient zur Manuellen Steuerung der einzelnen Prozessphasen: Gefrieren, Gefrieren +Warm Up VP (Vakuumpumpe warmlaufen), Haupttrocknen und Nachtrocknen. Im Manuell Modus werden vor Prozessbeginn die Sollwerte für die Phasen parametriert. Danach die entsprechende Phase vorgewählt und mit Funktionstaste Run ⏵ der Prozess gestartet. Nach Ablauf einer Phase wird manuell zur Nächsten gewechselt, ohne dabei die Anlage in Standby zu versetzen. Nach Durchlauf aller gewünschten Phasen, in der Regel die Phase Nachtrocknen, wird der Prozess mit Standby ⏹ beendet. Im Manuell-Modus wird die Phasendauer durch den Anwender bestimmt, diese ist nicht zeitgesteuert.

Folgende Phasen sind im Manuell-Modus wählbar:

4. Gefrieren (nur im Verfahren A verfügbar!)
5. Gefrieren + Warm-Up VP
6. Haupttrocknen
7. Nachtrocknen

Warm-Up VP schaltet die Vakuumpumpe mit geschlossenen Drucksteuerventil zu. Diese Phase sollte zur Schonung der Pumpe mindestens 20 Minuten dauern.

Abb. 20 Pop Up Menü zur manuellen Steuerung

5.4.1. Vorgehensweise für Sollwerteingaben im Manuell Modus:

Für jede Phase sind die Prozesssollwerte in einen so genannten Sollwertsatz hinterlegt.

Das Dialogfenster zur Sollwertbearbeitung befindet sich unter **WERTE** → `Sollwerte für Manuell-Modus.`

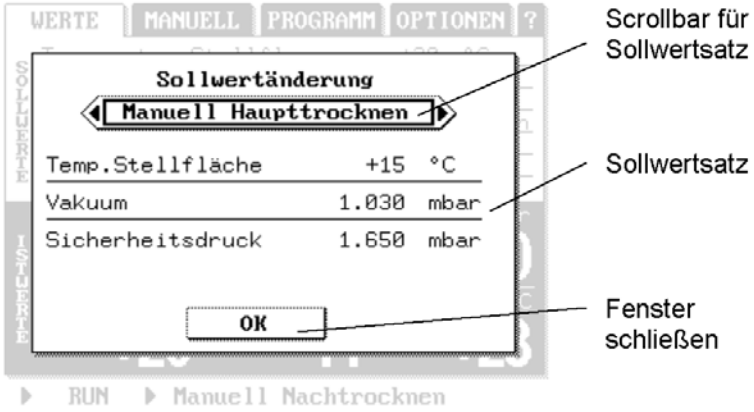


Abb. 21 Dialogfenster zur Sollwerteingabe im Manuell Modus

Zur Sollwerteingabe wird zunächst der entsprechende Sollwertsatz (Phase) aus der Scrollbar gewählt. Dazu die Scrollbar mit dem Focus markieren (●) und Bestätigen ●. Die Scrollbar befindet sich nun im Select-Mode, d.h. der gewünschte Sollwertsatz kann gewählt (●) werden. Dabei werden die zugehörigen aktuellen Sollwerte zur Phase dargestellt. Bestätigen ● verlässt den Select-Mode.

Abb. 22 Scrollbar im Select-Mode

Den Fokus nun auf den zu editierenden Sollwert setzen (●) und Bestätigen ●. Es ist nun ein Editiermodus aktiv, indem der Sollwert durch Drehen (●) in definierten Wertebereichen eingestellt werden kann. Mit Bestätigen ● wird der Editiermodus verlassen und der Sollwert übernommen.

Abb. 23 Editiermodus für Sollwerte

5.4.2. Sollwerte für Manuelles Gefrieren

Abb. 24 Sollwertsatz für Gefrieren und Gefrieren + Warm-Up VP

Gültiger Wertebereich

- Temperatur Stellfläche: -100°C ... +100°C

Maximaler Wertebereich

- Temperatur Stellfläche: -100°C ... +100°C

5.4.3. Sollwerte für Manuelles Haupttrocknen und Nachtrocknen

Abb. 25 Sollwertsatz für Haupttrocknen und Nachtrocknen

Die Sollwerte Vakuum und Sicherheitsdruck sind gegeneinander verriegelt, somit werden unzulässige Sollwerteingaben verhindert.

Gültiger Wertebereich

- Stellfläche: -100°C .. +100°C
- Vakuum: 0.0010mbar ... Sicherheitsdruck– 5°C
- Sicherheitsdruck: Vakuum + 5°C .. 6.110 mbar und Atm

Maximaler Wertebereich

- Stellfläche: -100°C ... +100°C
- Vakuum: 0.0010mbar ... 4.020 mbar
- Sicherheitsdruck: 0.0023mbar ... 6.110 mbar und Atm

Der Zusammenhang zwischen Vakuum und Temperatur ist der Umrechnungstabelle "Dampfdruckkurve über Eis" Kapitel 2.1 zu entnehmen.

5.5. Programmgeber (optional)

5.5.1. Allgemeines

Im Programmgeber wird ein Prozessablauf zeitgesteuert vorprogrammiert. Es werden 30 Programmplätze mit je 32 Abschnitten verwaltet.

Jeder Abschnitt ist einer Prozessphase („Gefrieren“, „Haupttrocknung“, „Nachtrocknung“) zugeordnet und beinhaltet folgende Abschnitts-Sollwerte: Abschnittszeit, Stellflächentemperatur, Vakuum und Sicherheitsdruck Heizung. Diese Sollwerte stellen in einem Temperatur-Zeit- bzw. einem Vakuum-Zeit-Diagramm Stützpunkte dar, die über Geraden verbunden sind. Der Ablauf eines Programms wird über die bereits genannten Sollwerte "Stellflächentemperatur" und "Vakuum" gesteuert. Die Darstellung der Programmgeberdaten erfolgt an den üblichen Stellen im Wertefenster, Geräteschema und der Statuszeile.

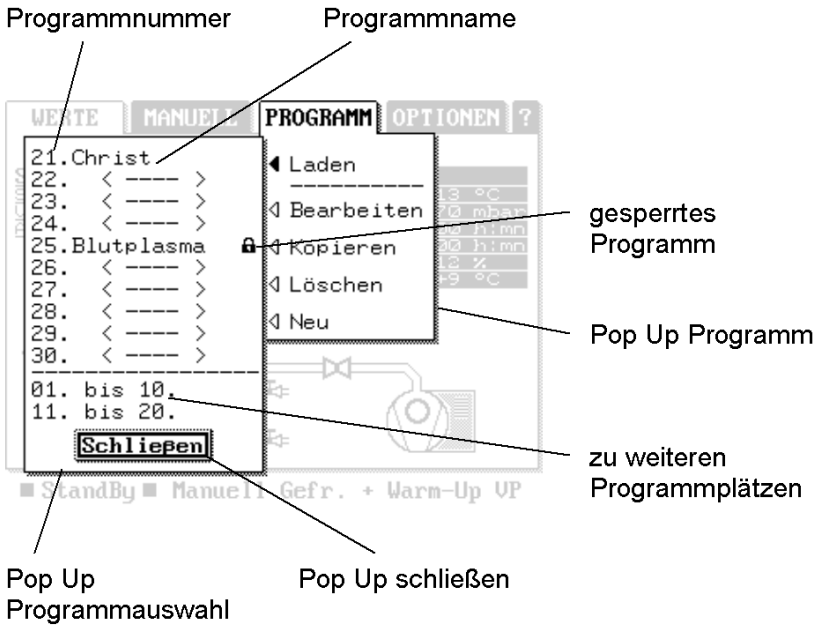


Abb. 26 Pop Up Fenster des Programmgebers

Der Programmgeber wird unter `Programm` aufgerufen. Dies ist nur möglich, wenn bisher noch kein Programm geladen wurde und die Anlage sich im Standby befindet. Es öffnet sich ein Pop Up Fenster zur Auswahl der gewünschten Funktion.

5.5.2. Programm neu

Um ein Programm neu zu erstellen, wird unter `Programm` → `Neu` aus der Programmauswahl ein freier Platz angewählt. Freie Programmplätze sind durch `< ---- >` gekennzeichnet. Nach der Auswahl des Programmplatzes wird der Programmbearbeitungsmodus aktiviert. Als Programmgrundlage wird das Standardprogramm mit dem Namen „Christ“ erzeugt. Das Programm-Erstellungsdatum wird auf das aktuelle Datum gesetzt.

5.5.3. Programm bearbeiten

Ein bestehendes Programm wird unter `Programm` → `Bearbeiten` individuell an den Gefriertrocknungsprozess angepasst. Dazu ist das gewünschte Programm aus der Programmliste zu wählen. Falls das Programm gegen unbefugte Personen gesperrt ist, wird zusätzlich ein vierstelliger User-Code abgefragt. Der User-Code ist unter `Optionen` → `Sonstiges` → `Sicherheit` definiert.

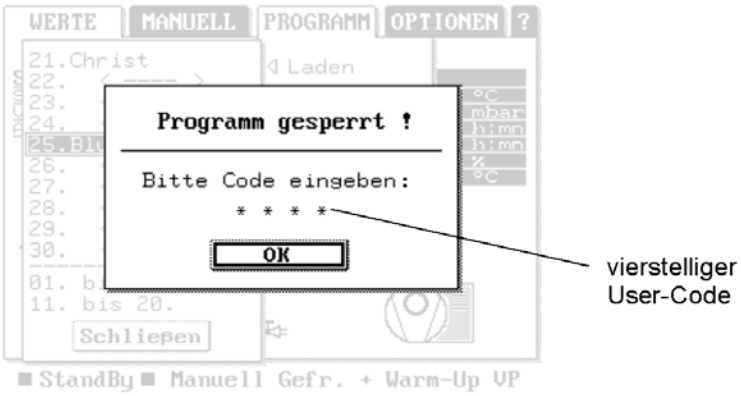


Abb. 27 Dialogfenster zur Eingabe des User-Codes

Im Programmgeber werden 3 Abschnitte dargestellt, um jederzeit einen Bezug auf den vorherigen und nächsten Abschnitt herzustellen. Abschnitt 1 ist fest definiert als „Beladen“. In dieser Phase werden die Startbedingungen eines Programms festgelegt. Alle weiteren Abschnitte werden sequenziell abgearbeitet. Zu beachten sei, dass ein Programm nur in der Reihenfolge „Beladen“, „Gefrieren“, „Haupttrocknen“ und „Nachtrocknen“ erstellt werden kann. Das Vertauschen von Phasen, z.B. erst „Haupttrocknen“ und dann „Gefrieren“, ist nicht möglich.

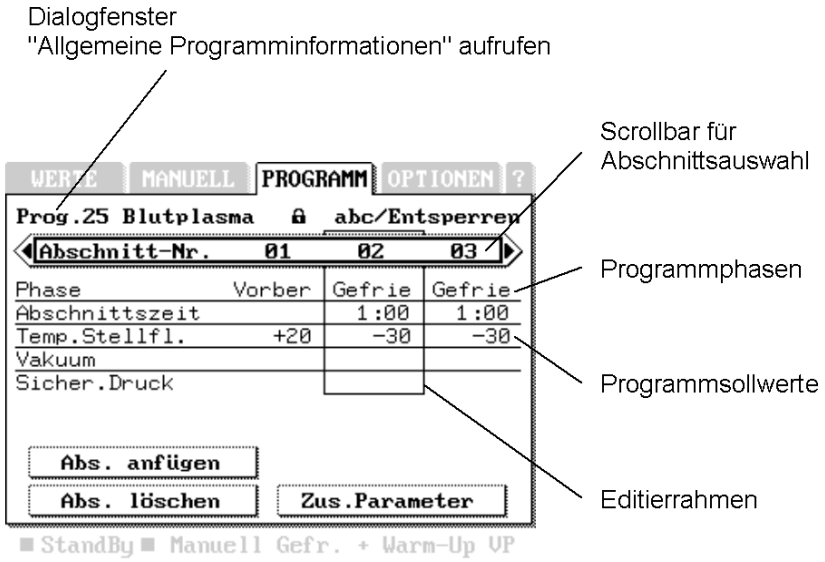


Abb. 28 Der Programmbearbeitungsmodus

Zum Schließen des Programmgebers wird der Menüreiter `Programm` ausgewählt. Erst beim Schließen werden die Änderungen in den Programmspeicher übernommen.

Editieren eines Programms

Zum Editieren eines Programms wird mittels der Scrollbar für Abschnittsauswahl der zu editierende Abschnitt in die Mitte (gekennzeichnet durch einen Editierrahmen) verschoben. Nach verlassen der Scrollbar springt der Focus in den Editierrahmen um die Phasen bzw. Sollwerte zu ändern. Um den Editierrahmen wieder zu verlassen wird die oberste Fokusposition angewählt (Abschnittsnummer).

Abschnitt anfügen Abs. anfügen

Fügt einen neuen Abschnitt an die Abschnittsposition im Editierrahmen ein. Die Sollwerte werden vom markierten Abschnitt übernommen. Die Gesamtabschnittszahl ist auf 32 Abschnitte begrenzt.

Abschnitt löschen Abs. löschen

Löscht einen Abschnitt an der Abschnittsposition im Editierrahmen. Ein Programm besteht mindestens aus 3 Abschnitten.

Zusatzparameter Zus.Parameter

Definiert die Warm Up-Zeit der Vakuumpumpe. Die Vakuumpumpe wird zum warmlaufen automatisch vom Programmgeber zugeschaltet.

Allgemeine Programminformationen

Im Dialogfenster "Allgemeine Programminformationen" werden Programmname und Lockstatus vergeben.

Abb. 29 Allgemeine Programminformationen

5.5.4. Programm laden

Aus der Programmauswahl (`Programm` → `Laden`) ist das entsprechende Programm auszuwählen. Es wird ein Dialogfenster geöffnet, indem allgemeine Programminformationen angezeigt werden.
Mit dem Button LADEN wird das Programm geladen, das Dialogfenster geschlossen und die Statuszeile aktualisiert. Mit der Funktionstaste Run ▶ wird nun das Programm gestartet.

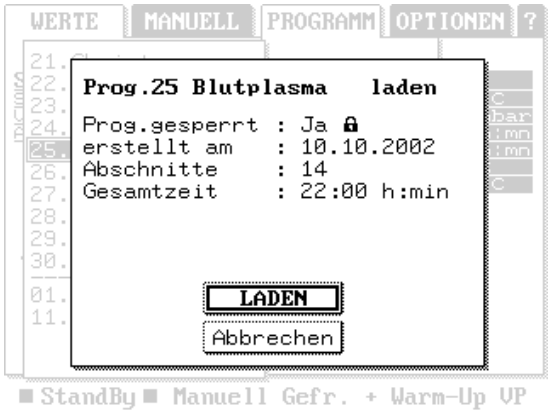


Abb. 30 Dialogfenster Programm laden

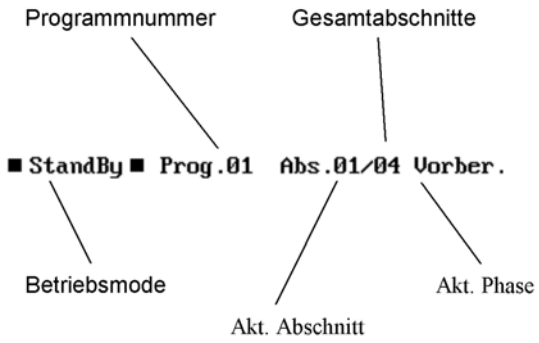


Abb. 31 Statuszeile im Programm-Mode

5.5.5. Programm kopieren

Aus der Programmauswahl (`Programm → Kopieren`) ist das zu kopierende Programm (Quell-Programmplatz) auszuwählen. Es können nur belegte Programmplätze kopiert werden, bei freien Programmplätzen wird die Auswahl ignoriert. Falls alle Programmplätze belegt sind, wird die Auswahl ebenfalls ignoriert. Nach Programmauswahl öffnet sich ein Dialogfenster mit allgemeinen Informationen zum Programm. Als Ziel-Programmplatz wird von der LSC Anlagensteuerung ein freier Programmplatz vorgeschlagen, der nach Bedarf geändert werden kann (nur freie Programmplätze sind anwählbar). Der Button KOPIEREN kopiert den Quell-Programmplatz an den Ziel-Programmplatz und schließt das Dialogfenster. Mit dem Button Abbrechen wird zur Programmauswahl zurückgekehrt.

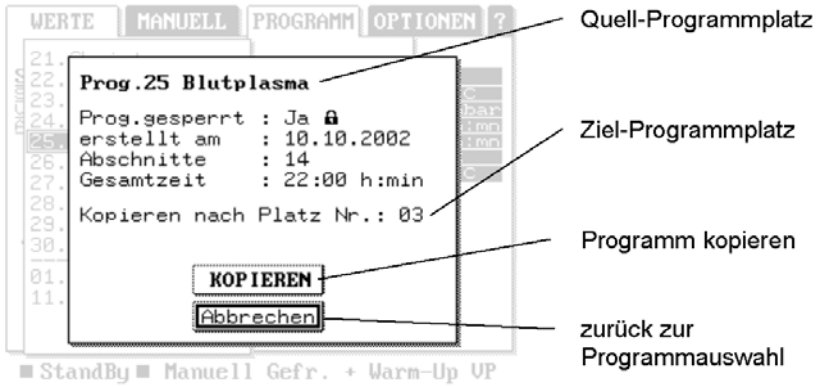


Abb. 32 Dialogfenster Programm Kopieren

5.5.6. Programm löschen

Aus der Programmauswahl (`Programm → Löschen`) ist das entsprechende Programm auszuwählen. Es können nur belegte und nicht gesperrte Programmplätze gelöscht werden, bei freien und gesperrten Programmplätzen wird die Auswahl ignoriert. Nach Programmauswahl öffnet sich ein Dialogfenster zum Bestätigen. Der Button LÖSCHEN löscht den Programmplatz und schließt das

Dialogfenster. Mit dem Button Abbrechen wird zur Programmauswahl zurückgekehrt.

Abb. 33 Dialogfenster Programm löschen

5.6. Prozess- und Anlageninformationssystem

Mit dem Prozess- und Anlageninformationssystem werden Störungen und Meldungen angezeigt und gespeichert. Kurzzeitige Störungen bzw. Meldungen, die z. B. "über Nacht" eingetreten sind, können so am nächsten Tag festgestellt werden. Folgestörungen werden ebenfalls gespeichert und angezeigt. Das Prozess- und Anlageninformationssystem ist mit einem potentialfreien Relaisausgang für einen zentralen Überwachungsplatz ausgerüstet.

Das Prozess- und Anlageninformationssystem unterscheidet zwischen einer Meldung und einem Prozess-/ Hardwarefehler. Bei Auftreten einer Störung bzw. Meldung wird das Prozess- und Anlageninformationssystem automatisch eingeblendet. Zusätzlich ertönt ein Akustisches Signal (je 5x im Abstand von ca. 16 Sekunden) solange bis der Fehler quittiert wurde. Bei Prozess-/Hardwarefehler blinkt außerdem die aktive Betriebsleuchte „Run“ oder „Standby“. Das Dialogfenster kann erst verlassen werden, nachdem alle Störungen bzw. Meldungen quittiert wurden.

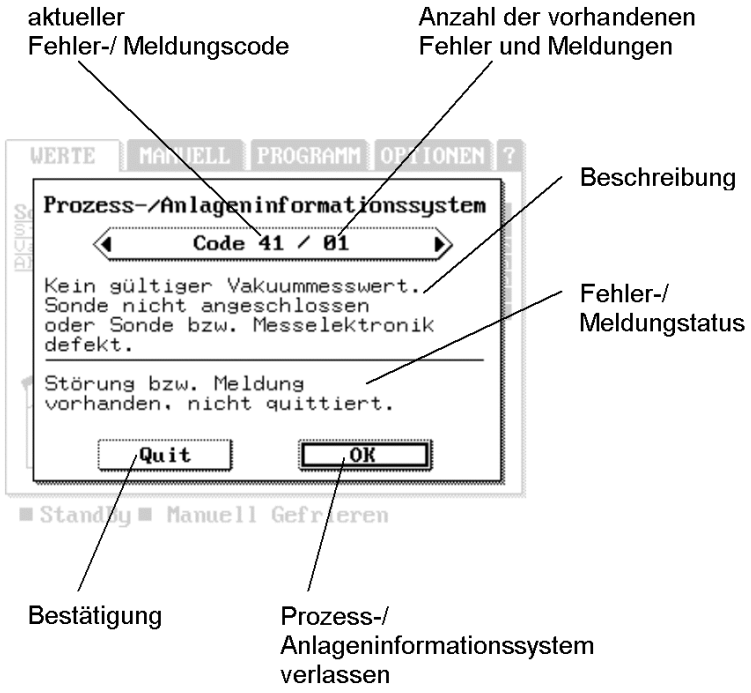


Abb. 34 Dialogfenster Prozess- und Anlageninformationssystem

Die folgenden Meldungen werden erfasst und im Prozess- und Anlageninformationssystem angezeigt:

5.6.1. Meldungen und Hinweise

Störmeldungen für Hardwarefehler siehe Kapitel 6.7.1

Code 03

`Sicherheitsdruck wurde bereits unterschritten und wieder überschritten.`

Diese Fehlermeldung wird eingeblendet, wenn während des Trocknungsablaufes der vorgewählte Sicherheitsdruck bereits unterschritten und wieder überschritten wurde. Bitte überprüfen, ob der Sicherheitsdruck nicht zu gering eingegeben wurde bzw. ob die zu trocknende Produktmenge oder Stellflächentemperatur nicht zu hoch gewählt wurden, so dass die Eiskondensatortemperatur aufgrund der Belastung zu sehr ansteigt. Die Umgebungstemperatur der Anlage sollte möglichst nicht über +32°C betragen.

Code 25

`Hinweis: Stellflächentemperatur entspricht nach Abschnittsende nicht dem Sollwert.`

Nur im Programmgeber! Diese Meldung wird eingeblendet, wenn nach Ablauf eines Abschnittes die Stellflächentemperatur +/- 1°C nicht erreicht wurde.

Code 26

`Hinweis: Das Programmende ist erreicht. Anlage wurde in den Manuell-Modus umgeschaltet.`

Nur im Programmgeber! Das Programm wurde vollständig abgearbeitet. Die Anlage wurde in den Manuell-Modus überführt.

Code 29

`Hinweis: Wartung der Vakuumpumpe fällig. Wartung durchführen und Betriebsstundenzähler zurücksetzen.`

Unter **OPTIONEN** → `Sonstiges` → `Vakuumpumpe` besteht die Möglichkeit ein Wartungsintervall für die Vakuumpumpe zu definieren (siehe unter Optionen). Ist eine Wartung fällig, so wird dieser Hinweis im Prozess- und Anlageninformationssystem eingeblendet. Dieser Hinweis ist vorerst zu quittieren. Nun sollte die nötige Wartung durchgeführt werden und anschließend der Betriebsstundenzähler - seit letztem Wartungsintervall – unter `OPTIONEN` → `Sonstiges` → `Vakuumpumpe` zurück gesetzt werden.

5.7. Optionen

Unter dem Menüpunkt OPTIONEN werden elementare Konfigurationen der Anlagensteuerung vorgenommen.

Abb. 35 Optionsmenü

5.7.1. Info

Unter dem Menüpunkt Info gelangt der Bediener in das Prozess- und Anlageninformationssystem, um eventuell anliegende Hinweise oder Fehler zu lesen.

5.7.2. Displaykontrast

Der Kontrast des LC Displays muss je nach Lichtverhältnissen und Blickwinkel individuell angepasst werden. Dazu ist das Dialogfenster unter OPTIONEN → Kontrast zu öffnen. Nun mit dem Fokus die Scrollbar anwählen (●) ⓿, den optimalen Kontrast einstellen (●), und bestätigen ⓿. Der Wertebereich für den Kontrast ist so eingeschränkt, das selbst bei 0% bzw. 100% unter einem bestimmten Blickwinkel der Inhalt des LCD's immer noch zu erkennen ist.

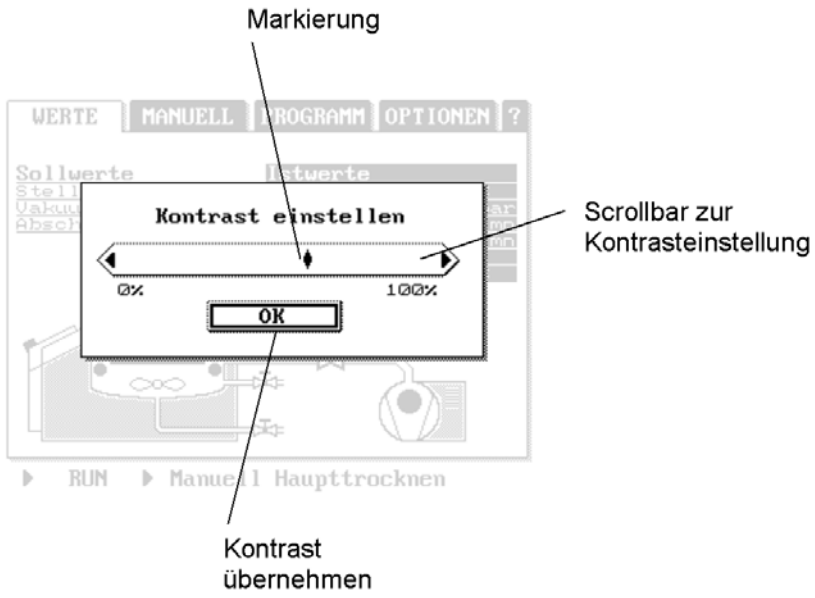


Abb. 36 Dialogfenster zur Kontrastwahl

5.7.3. Menüsprache

Im Dialogfenster **OPTIONEN** → Sprache die entsprechende Landesflagge fokussieren (●) und Bestätigen ⓞ. Danach wird das Geräteschema in der gewählten Sprache neu aufgebaut.

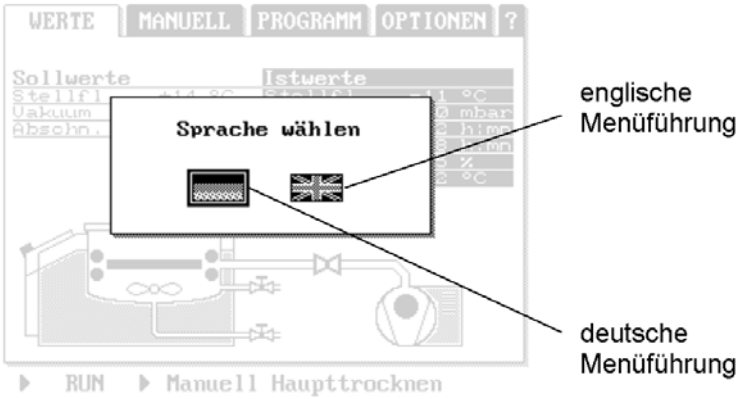


Abb. 37 Dialogfenster zur Auswahl der Sprache

5.7.4. Datum und Zeit ändern

Die LSC Anlagensteuerung verfügt über eine eingebaute batteriegepufferte Uhr. Eine Neueinstellung muss nach Ausfall der Pufferbatterie vorgenommen werden. Die Einstellung von Datum und Zeit ist im Menü **OPTIONEN** → Sonstiges → Datum/Zeit

möglich. Derzeitiges eingestelltes Datum und eingestellte Zeit werden als Sollwerte beim Öffnen des Fensters übernommen.

Das Datum wird wie folgt eingestellt:

Aktuelle Werte für Tag, Monat und Jahr einstellen und mit SETZEN die Einstellungen übernehmen.

Die Zeit wird wie folgt eingestellt:

Aktuelle Werte für Stunde und die folgende Minute einstellen. Im Minutenwechsel dann mit SETZEN die Einstellungen übernehmen. Dabei wird der Sekundenzähler auf Null gesetzt.

Beispiel:

Die Aktuelle Zeit ist 10:23:15 [Std:Min:Sek] Uhr. Die Einzustellende Zeit ist somit 10:24 [Std:Min] Uhr. Im Minutenwechsel zur Zeit 10:24:00 [Std:Min:Sek] SETZEN betätigen.

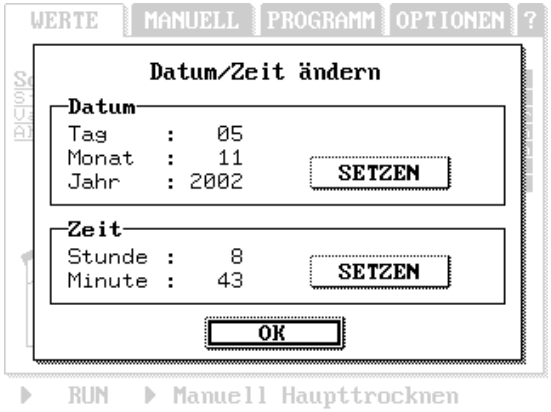


Abb. 38 Dialogfenster für Datum und Zeit

5.7.5. Wartungsintervalle der Vakuumpumpe

Wartungsinterwalle des VP werden definiert und zurückgesetzt unter **OPTIONEN** → Sonstiges → Vakuumpumpe

Die folgenden Wartungsintervalle können gewählt werden: 100, 200, 300, 400, 500, 1000, 2000, 3000, 4000 Stunden. Falls die Intervalldauer auf ∞ Stunden gesetzt wird, so wird kein Hinweis zur Wartung eingeblendet.

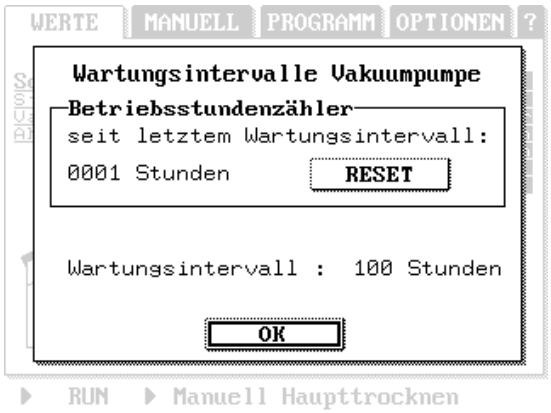


Abb. 39 Dialogfenster für Wartungsintervalle der Vakuumpumpe

5.7.6. Verfahren

In diesem Dialogfenster (**OPTIONEN** → `Sonstiges` → `Verfahren`) wird das benutzte Verfahren des Prozesses vorgewählt (siehe dazu Kapitel 3). Dies hat Auswirkung auf die graphische Anlagendarstellung im Geräteschema. Weiterhin steht bei Verfahren B die Phase `Manuell Gefrieren` nicht mehr zur Verfügung, da generell das Produkt extern (z.B.: Gefriertruhe) eingefroren wird. Die Phase `Manuell Kühlen EK + Warm-Up VP` bleibt weiterhin im Verfahren B verfügbar. Diese wird dann in erster Linie zum Warmlaufen der Vakuumpumpe und zum Vorkühlen des Eiskondensators benutzt.

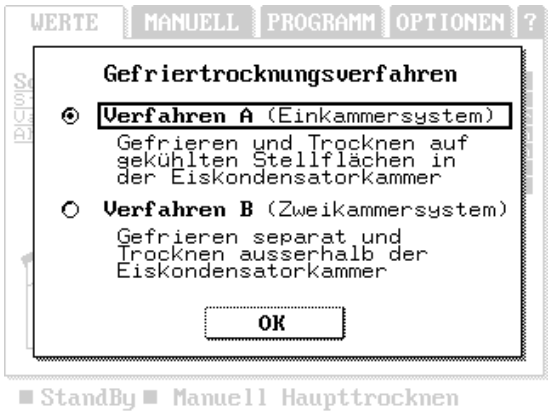


Abb. 40 Dialogfenster zur Auswahl des Verfahrens

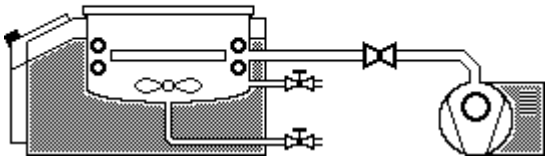


Abb. 41 Anlagenschema Verfahren A

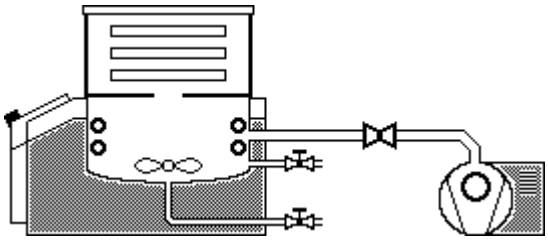


Abb. 42 Anlagenschema Verfahren B

5.7.7. Freigabe

Das Dialogfenster (`Optionen` → `Sonstiges` → `Freigabe`) dient zur Eingabe eines 6-stelligen Freigabeschlüssels.

Abb. 43 Dialogfenster für Option Freischalten

5.7.8. Sicherheit

Unter dem Menüpunkt (`Optionen` → `Sonstiges` → `Sicherheit`) kann der Anwender einen 4-stelligen User Code definieren, um Programmdaten gegen unbefugte Personen zu schützen. Zuerst öffnet sich ein Dialogfenster, in dem der bisher gültige User Code eingegeben werden muss. Erst nach korrekter Eingabe kann ein neuer User Code definiert werden. Dieser Code ist für alle Programmdaten gültig!

Abb. 44 Dialogfenster zur Eingabe des alten User Code

Der User Code ist im Auslieferungszustand "ØØØØ".

Abb. 45 Dialogfenster zur Eingabe des neuen User Code

5.7.9. Systemkalibrierung

Unter **OPTIONEN** → Sonstiges → Kalibrierung wird ein Dialogfenster geöffnet, indem alle Werte, die zum Kalibrieren nötig sind, dargestellt werden.

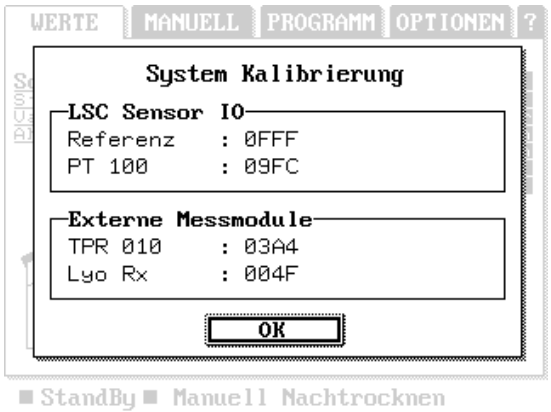


Abb. 46 Dialogfenster zur Systemkalibrierung

Es wird unterschieden zwischen der Kalibrierung der Sensor IO Karte und den externen Messmodulen (Pirani und Lyo Control).

LSC Sensor IO

Die LSC Sensor IO Karte bereitet unter anderem alle analogen Messsignale so auf, das diese in Form digitaler Signale in der Steuerung verarbeitet werden können. Zur Kalibrierung dieser Messwertelektronik müssen zwei Justierungen vorgenommen werden.

5.8. Implementierte Kurzreferenz

Die implementierte Kurzreferenz ist nicht als vollständiger Ersatz für ein Benutzerhandbuch zu verstehen. Sie soll lediglich einen Überblick bezüglich Bedienung, Parametrierung und Betriebsarten der Anlage vermitteln.

Die Kurzreferenz wird aus der Menüleiste unter ? aufgerufen. Nach Aufruf erscheint eine Auflistung der Inhaltspunkte. Mit den Buttons << und >> können nun die inhaltlichen Punkte Seite für Seite durchgeblättert werden. Mittels Button Schließen wird die Kurzreferenz verlassen und zum Hauptfenster zurückgekehrt.

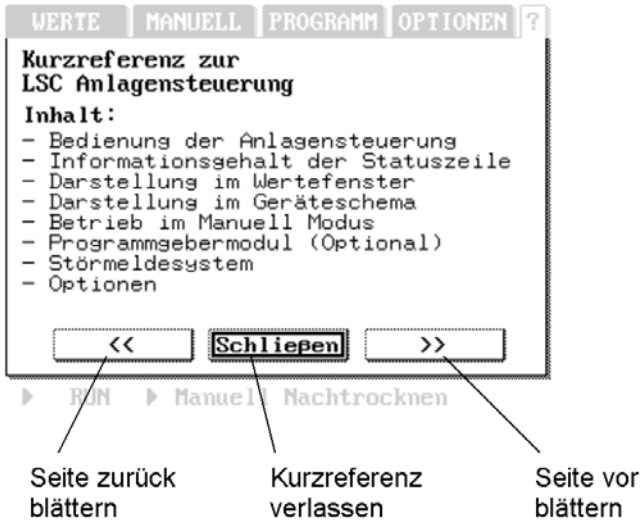


Abb. 47 Inhaltsverzeichnis der Kurzreferenz

6. Hinweise bei Betriebsstörungen

6.1. Stromausfall

Die Anlagensteuerung setzt den Prozess nach einem Stromausfall fort. Die vorgewählten Bedingungen bleiben auch beim automatischen Prozessablauf gespeichert.

Durch Stromausfall während der Trocknung kann unter Umständen die eingesetzte Charge unbrauchbar werden. Ob die Charge gerettet werden kann, hängt davon ab, in welcher Trocknungsphase sich das Produkt zur Zeit des Stromausfalls befindet.

Wir unterscheiden zunächst Haupt- und Nachtrocknung:

In der Nachtrocknung befindet sich das Gut, wenn der Restwassergehalt etwa 5 % erreicht hat. Unterhalb dieses Wertes wird das Produkt bei längerem Stromausfall allgemein nicht mehr geschädigt.

Befindet sich das Gut in der Haupttrocknung, so empfehlen wir, die Anlage zu belüften, das Gut zu entnehmen und in eine Kühltruhe umzusetzen. Vor der weiteren Inbetriebnahme muss das angetaute Kondensat abgelassen werden.

6.2. Kein ausreichendes Vakuum

Besondere Aufmerksamkeit ist den Hochvakuumventilen zu widmen. Das Ablassventil, das Belüftungsventil sowie die Gummiventile sind zu überprüfen.

Wir empfehlen nach Ziehen des Netzsteckers, die linke Seitenverkleidung der Anlage zu entfernen und dann den Schlauch im inneren des Gerätes von dem Ablassventil abzuziehen, das Schlauchende mit einem Gummistopfen zu verschließen und die Anlage evakuieren. Erreicht die Anlage nun den nötigen Betriebsdruck, so liegt eine Undichtigkeit im Ventil vor. Dies ist auf

Festsetzen von Trocknungsrückständen oder Wollteilchen der Putztücher oder Verschleiß der O-Ringe des Ventils zurückzuführen.

Um dieses zu beseitigen, empfehlen wir, die Anlage zu evakuieren und über das Ablassventil zu belüften, so dass sich evtl. festgesetzte Teilchen lösen. Ggf. müssen die O-Ringe ausgetauscht werden

Wenn sich die Undichtigkeit auf diese Weise nicht beseitigen lässt, muss das Ablassventil gereinigt oder ausgetauscht werden.

Bei Undichtigkeiten des Belüftungsventils entsprechend vorgehen.

Überprüfen Sie die Deckeldichtung auf Verunreinigungen bzw. auf Beschädigungen. Gegebenenfalls reinigen bzw. austauschen.

Kontrollieren, ob der Schliffstopfen der aufsetzbaren Trocknungskammer gleichmäßig und auf die gesamte Dichtfläche verteilt mit Vakuumfett eingefettet ist.

Bei Trocknungskammern mit Anschlüssen für Gummiventile sollten die Ventile abgezogen und die Anschlüsse mit Gummistopfen verschlossen werden. Zur Überprüfung der Ventile werden diese dann nacheinander wieder angeschlossen und unter Vakuum überprüft.

Die Vakuummesssonde auf Verunreinigungen, wie z. B. Wasserrückstände, kontrollieren.

Die Vakuummesssonde besitzt prinzipbedingt nur eine begrenzte Lebensdauer. Defekte Vakuummesssonden sind als Ersatzteil (TPR 010, Bestell-Nr. 125480) erhältlich.

Die Vakuumanzeige mit einem Vergleichsgerät (wenn vorhanden) kontrollieren.

Zur Lokalisierung einer eventuellen Undichtigkeit empfehlen wir, die Vakuummesssonde direkt an dem Saugstutzen der Vakuumpumpe anzuschließen. Erreicht die betriebswarme Vakuumpumpe einen Enddruck von mindestens 0,011 mbar, kann davon ausgegangen werden, dass die Vakuumpumpe und das Messsystem in Ordnung sind. Vermutlich liegt eine Undichtigkeit vor, sofern das ungenügende Vakuum nicht auf eine unzureichende Eiskondensatortemperatur zurückzuführen ist.

Die Ölfüllung in der Vakuumpumpe kontrollieren, evtl. verunreinigtes Öl erneuern, Druckkontrolle durchführen.

Sollte auch nach diesen Schritten die Undichtigkeit nicht bestimmt oder eingegrenzt werden können, werden alle Kleinflanschverbindungen (siehe Kapitel 4.8.2), insbesondere der Sitz der Zentrierringe, überprüft. Ein Einfetten der Dichtringe mit Hochvakuumfett ist allgemein nicht erforderlich.

Die Vakuumpumpe schaltet nicht zu:

Die Vakuumpumpe ist mit einem Schutzschalter für den Antriebsmotor ausgerüstet.

(Bitte separate Bedienungsanleitung der Vakuumpumpe beachten).

Allgemein:

Die Vakuumkontrollen sollen bei tiefgekühltem Eiskondensator erfolgen.

6.3. Anlage zeigt keine Funktion

Sollte nach Betätigung des Netzschalters keine Anzeige im Display erscheinen, so sind folgende Prüfungen durchzuführen:

- Ist der Netzstecker eingesteckt?
- Überprüfen der bauseits sitzenden Sicherungen
- Überprüfen des Sicherungsautomaten 1F1 in der Rückwand
- Überprüfen der internen Sicherung 202F3

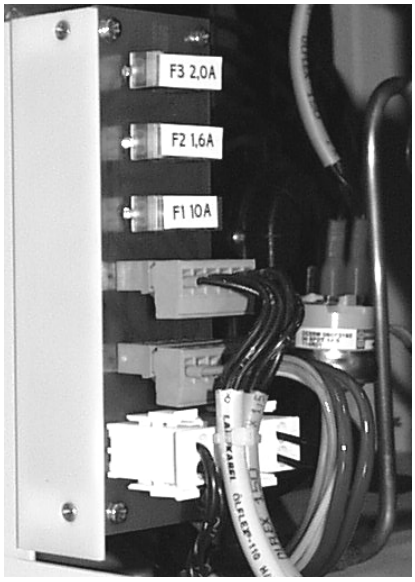
6.4. Heizung schaltet nicht zu

Bitte beachten, dass die Heizung während der Haupttrocknung bzw. Nachtrocknung erst bei Erreichen des vorgewählten Sicherheitsdrucks zuschaltet.

Sollte sich die Heizung auch bei Unterschreiten dieses Druckes nicht zuschalten, interne Sicherung 202F1 kontrollieren.

6.5. Ventilator (Eiskondensatorkammer) schaltet nicht zu

- Präzisionssteckverbindung in der Eiskondensatorkammer überprüfen
- Überprüfen der internen Sicherung 202F2



Interne Sicherungen

Die internen Sicherungen 202F1, 202F2 und 202F3 befinden sich hinter der linken Seitenverkleidung. Hierzu die Anlage abschalten und den Netzstecker ziehen. Die linke Seitenverkleidung des Gehäuses entfernen.

6.6. Keine ausreichende Eiskondensator- oder Stellflächentemperatur

Die Kältemaschine ist mit einer Schutzeinrichtung gegen Überdruck im Kältesystem und einem thermischen Motorschutz ausgerüstet.

- Bei zu hohen Umgebungstemperaturen
- bei unzureichender Luftzirkulation durch den Kälteanlagenwärmetauscher
- bei Überlastung des Kältesystems

lösen die Schutzeinrichtungen aus, und die Kältemaschine wird abgeschaltet.

Werden die zulässigen Betriebsbedingungen wieder erreicht (nach einigen Minuten), schaltet die Kältemaschine über den Druckschalter oder den Motorschutzschalter selbständig wieder ein.

Die wesentlichen Störungen werden über das Prozess- und Anlageninformationssystem angezeigt.

Die min. Eiskondensatortemperatur von ca. -55°C bzw. -85°C wird erreicht, wenn der Eiskondensator unbelastet und die Eiskondensatorkammer evakuiert ist.

Eine ausreichende Luftzirkulation ist erforderlich. Hinter der Anlage darf nichts abgelegt werden!

6.7. Prozess- und Anlageninformationssystem

6.7.1. Fehlermeldungen

Code 01

```
Vakuum von 6.11 mbar wurde innerhalb von 15 min.
nicht erreicht. Vakuumpumpe wurde abgeschaltet.
Vakuumleck oder Pumpe defekt.
```

Dieser Fehler tritt auf, wenn der Druck in der Eiskondensatorkammer bei geöffnetem Drucksteuerventil innerhalb von 15 Minuten 6,11 mbar nicht erreicht. Dadurch wird ein Vakuumleck im System festgestellt und es wird vermieden das über einen längeren Zeitraum die Pumpe gegen Atmosphäre arbeitet. Als Ursache kann ein Vakuumleck (Belüftungsventil oder Ablassventil nicht geschlossen, falscher Sitz des Deckels oder der Trocknungskammer oder fehlender Schliffstopfen im Deckel oder Trocknungskammer) oder ein Defekt der Vakuumpumpe (prüfen, ob der Netzschalter der Vakuumpumpe eingeschaltet ist) in Frage kommen. Das Drucksteuerventil wird geschlossen und die Vakuumpumpe abgeschaltet. Nun sollte die Störung behoben und anschließend quittiert werden.

Code 02

```
Sicherheitsdruck wurde innerhalb von 20 min. nicht
erreicht.
```

Diese Fehlermeldung erscheint, wenn nach dem Start der Vakuumpumpe (und bei geöffnetem Drucksteuerventil) nicht innerhalb von 20 Minuten der vorgewählte Sicherheitsdruck erreicht wurde. Bitte überprüfen, ob der Sicherheitsdruck nicht zu gering eingegeben wurde.

Code 03

Siehe Kapitel 5.6.1.

Code 04

```
Übertemperatur Eiskondensator.
Eiskondensatortemperatur >= 65°C! Anlage wurde in
Standby geschaltet.
```

Diese Fehlermeldung erscheint, wenn die Temperatur des Eiskondensators +65°C oder mehr beträgt. Gleichzeitig werden alle Aggregate abgeschaltet, sofern diese in Betrieb waren, d.h. die Anlage wird automatisch in Standby überführt. Die Fehlermeldung kann beim Abtauen erfolgen, wenn die Temperatur des Eiskondensators +65°C oder mehr erreicht. Durch das Abschalten der Kältemaschine wird sichergestellt, dass diese nicht bei unzulässig

hohen Temperaturen betrieben oder gestartet wird. Die Anlage kann erst wieder in Betrieb genommen werden, wenn die Eiskondensatortemperatur weniger als +65°C beträgt und der Fehler quittiert wurde.

Code 23

```
Netzausfall hatte stattgefunden
```

Ein Netzausfall wird erkannt, wenn unter Betriebsbedingungen (Run-Modus) die Spannungsversorgung unterbrochen wurde. Sobald die Netzspannung wieder verfügbar ist, wird der Prozess fortgesetzt.

Code 25

Siehe Kapitel 5.6.1.

Code 26

Siehe Kapitel 5.6.1.

Code 27

Bitte den Service kontaktieren!

```
Hinweis:
Falsches Steuermodul
```

Code 28

Bitte den Service kontaktieren!

```
Hinweis:
Fehlerhaftes Systemmodul
```

Code 29

Siehe Kapitel 5.6.1.

Code 30

```
Hinweis: Fehler im Konfigurationsspeicher. Bitte
Einstellungen (Sollwerte) und Pufferbatterie
überprüfen.
```

Dieser Hinweis taucht beim Einschalten der Anlage auf, wenn die Pufferbatterie für die Einstellungen und Echtzeituhr nicht mehr genügend Ladung besitzt. Die Pufferbatterie ist durch eine Neue zu ersetzen. Danach muss die Uhr neu eingestellt werden (siehe.Kapitel.5.7.4). Die Einstellungen (Sollwerte, etc.), mit

Ausnahme der Änderungen während der letzten Betriebsphase, werden aus einem 2. Festwertspeicher zurückgeladen und bleiben damit auch nach einem Ausfall der Pufferbatterie erhalten. Eine Überprüfung der Einstellungen sollte trotzdem vorgenommen werden.

Code 31

Bitte den Service kontaktieren!

Hinweis: Fehler im Konfigurationsspeicher. Werkseinstellungen wurden geladen! Bitte Pufferbatterie überprüfen.

Code 32

Überdruck Kälteaggregat KM1. Ausgelöst über Druckschalter.

Überdruck Kälteaggregat KM1, ausgelöst über Druckschalter. Bitte Umgebungstemperatur, ausreichende Luftzirkulation des Kälteanlagenwärmetauschers und Belastung der Anlage überprüfen.

Code 33 (nur ALPHA 2-4 LSC)

Überdruck Kälteaggregat 2. Ausgelöst über Druckschalter.

Überdruck Kälteaggregat KM2, ausgelöst über Druckschalter. Bitte Umgebungstemperatur, ausreichende Luftzirkulation des Kälteanlagenwärmetauschers und Belastung der Anlage überprüfen.

Code 40

Temperaturfühler Eiskondensator defekt oder nicht angeschlossen.

Diese Fehlermeldung erscheint, wenn der Temperaturfühler nicht angeschlossen oder defekt ist. Bitte wenden Sie sich in diesem Fall an Ihren Kundenservice.

Code 41

Kein gültiger Vakuummesswert. Sonde nicht angeschlossen oder Sonde bzw. Messelektronik defekt.

Diese Fehlermeldung erscheint, wenn die Heizwendel der Vakuummesssonde gebrochen ist, die Messwertelektronik defekt ist oder die Vakuummesssonde nicht angeschlossen ist.

7. Wartung und Pflege

7.1. Eiskondensatorkammer

Vor jeder Inbetriebnahme muss dafür gesorgt werden, dass sich kein Wasser in der Eiskondensatorkammer befindet. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Es ist zu empfehlen, vor jedem Trocknungsvorgang das Ablassventil zu öffnen und wieder zu verschließen.

7.2. Wärmetauscher

Um das von der Kühlmaschine komprimierte Kältemittel abzukühlen, wird ein lamellierter Wärmetauscher eingesetzt. Dieser Wärmetauscher befindet sich auf der Geräterückseite der Anlage und muss im Abstand von einigen Monaten auf Staub- und Schmutzrückstände überprüft und wenn erforderlich, gereinigt werden. Die Reinigung des Wärmetauschers erfolgt am zweckmäßigsten durch Abbürsten und Absaugen mittels Staubsauger von außen oder durch Ausblasen mittels Pressluft vom Geräteinneren her.

Größere Verunreinigungen des Wärmetauschers führen zu einem Leistungsverlust und können einen Ausfall der Anlage verursachen!

Bitte beachten: Die Anlage darf nicht auf den Kopf gestellt werden!

7.3. Abgleich und Wartung der Vakuummesssonde TPR010

Wartung der Vakuummesssonde:

Der Wolfram-Draht hat durch die chemische Reaktion mit Bestandteilen des umgebenden Gases eine begrenzte Lebensdauer. Insbesondere reagiert Wolfram mit Kohlenstoffen zu Wolframkarbid,

der Draht wird spröde und bricht. Deshalb kann eine Verlängerung der Lebensdauer von PIRANI-Messröhren nur erreicht werden, wenn sie möglichst n i c h t mit kohlenstoffhaltigen Substanzen in Berührung kommen.

Bei einer Gefriertrocknungsanlage sollte am Ende des Trocknungsprozesses belüftet werden und das trockene Produkt entnommen werden. Anschließend wird bei offenem Ablassventil mit warmem Wasser (max. +50°C) abgetaut und die Eiskondensatorkammer trockengewischt.

Die Gefriertrocknungsanlage soll zum Abtauen n i c h t einfach bei Raumtemperatur über eine längere Zeit stehen bleiben, weil dann Reaktionen zwischen dem Wolfram-Draht und der umgebenden Atmosphäre erfolgen!

Es wird zusätzlich empfohlen nach dem Abtauen und Austrocknen die Anlage für ca. 30 Minuten bei o f f e n e m Gasballastventil zu evakuieren, um jegliche Restbestandteile, die mit dem Wolfram-Draht reagieren könnten, zu entfernen.

7.4. Gummiventile

Besondere Aufmerksamkeit ist den Gummiventilen zu widmen. Sollten die Gummiventile schwergängig geworden sein, müssen sie zerlegt, gereinigt, mit Vakuumfett leicht eingefettet und wieder zusammengebaut werden.

7.5. Vakuumpumpe

Zur Wartung der Vakuumpumpe bitten wir Sie, die beigefügte Bedienungsanleitung der Vakuumpumpe zu beachten.

Ergänzend hierzu möchten wir auf folgende Punkte besonders hinweisen:

Der Ölstand der Vakuumpumpe muss regelmäßig am Schauglas kontrolliert werden (bei Dauerbetrieb mindestens einmal pro Woche). Fehlendes Öl ist über den Öleinlass nachzufüllen. Ein Ölverbrauch ist durch den ständigen Betrieb mit Gasballast unvermeidlich. Zum Nachfüllen siehe Bedienungsanleitung der Vakuumpumpe.

Der erste Ölwechsel ist nach ca. 100 Betriebsstunden vorzunehmen. Die weiteren Ölwechselintervalle richten sich nach den Betriebsbedingungen. Allgemein ist ein Ölwechsel nach ca. 500 bis 1000 Betriebsstunden erforderlich.

Der Ölwechsel sollte grundsätzlich nur bei warmer Pumpe durchgeführt werden.

7.6. Auspufffilter

Sofern die Anlage mit einem Auspufffilter ausgerüstet ist (notwendig, wenn die Auspuffgase nicht ins Freie oder in einen Abzug geleitet werden können), so muss darauf geachtet werden, dass das Kondensat im Filter nicht zu hoch ansteigt. Über eine Ölablassschraube am Filter wird das Kondensat abgelassen.

(Bitte separate Bedienungsanleitung beachten!)

7.7. Reinigung

7.7.1. Reinigung der Gefriertrocknungsanlage

Zur Reinigung der Gefriertrocknungsanlage Seifenwasser oder andere wasserlösliche, milde Reinigungsmittel verwenden. Ätzende und aggressive Stoffe vermeiden. Keine Laugen oder scharfen Lösungsmittel, keine Mittel mit Scheuer- oder Schürfbestandteilen verwenden. Produktrückstände in der Eiskondensatorkammer mit einem Tuch entfernen. Es empfiehlt sich, den Gefriertrocknungsanlagendeckel bzw. die Trocknungskammer bei Nichtgebrauch der Gefriertrocknungsanlage zu öffnen, damit evtl. Feuchtigkeit entweichen kann.

Es sind entsprechende Vorsichtsmaßnahmen zu beachten und einzuhalten, falls die Gefahr der toxischen, radioaktiven oder pathogenen Kontamination besteht.

7.7.2. Reinigung von Zubehör

Bei der Pflege des Zubehörs müssen besondere Vorsichtsmaßregeln beachtet werden, da es sich hierbei um Maßnahmen zur Wahrung der Betriebssicherheit handelt.

Chemische Reaktionen sowie Druckkorrosion (Kombination von wechselndem Druck und chemischer Reaktion) können das Gefüge der Metalle und Kunststoffteile angreifen bzw. zerstören. Kaum nachweisbare Risse an der Oberfläche vergrößern sich und schwächen das Material, ohne deutlich sichtbare Anzeichen dafür zu hinterlassen. Bei Feststellung einer sichtbaren Gefügezerstörung an der Oberfläche, einer Rissbildung, einer Druckstelle oder einer sonstigen Veränderung, wie auch Korrosionserscheinungen, ist das betreffende Teil (Stellfläche, Gefäß, Trocknungskammer, etc.) im Interesse der eigenen Sicherheit unverzüglich auszutauschen.

Um Schäden vorzubeugen sind Lüfter, Deckeldichtung, Gefäße, Gestelle, Trocknungskammer, Stellflächen, etc. regelmäßig zu reinigen.

Die Reinigung des Zubehörs sollte außerhalb der Gefriertrocknungsanlage einmal wöchentlich, oder besser nach jedem Gebrauch erfolgen.

Es sind entsprechende Vorsichtsmaßnahmen zu beachten und einzuhalten, falls die Gefahr der toxischen, radioaktiven oder pathogenen Kontamination besteht.

Besonders Aluminiumzubehör ist stark korrosionsgefährdet. Für die Reinigung dieser Teile sollte daher besonders neutrales Reinigungsmittel benutzt werden, dessen pH-Wert zwischen 6 und 8 liegt. Alkalische Reinigungsmittel (pH > 8) sind zu vermeiden. Die Lebensdauer wird dadurch erhöht und die Korrosionsanfälligkeit wesentlich vermindert.

Eine sorgfältige Pflege durch den Benutzer verlängert die Lebensdauer und verhindert den vorzeitigen Ausfall des Zubehörs. Kommt es wegen mangelnder Pflege zu Schäden, kann beim Hersteller kein Garantieanspruch geltend gemacht werden.

7.7.3. Pflege des Belüftungsventils und des Ablassventils

Dem Belüftungsventil sowie dem Ablassventil ist besondere Aufmerksamkeit zu widmen. Sollten sich hier Rückstände aus vorangegangenen Trocknungen ablagern, so besteht die Gefahr eines nicht ordnungsgemäßen Betriebes der Gefriertrocknungsanlage. Es sollte daher darauf geachtet werden, dass kein Trockengut oder andere Rückstände zum Belüftungsventil sowie zum Ablassventil gelangen.

7.7.4. Desinfektion von Trocknungskammer, Deckel und Zubehör

Es können handelsübliche Desinfektionsmittel, wie z. B. INCIDUR, Meliseptol, Sagrotan, Buraton oder Terralin verwendet werden (über den örtlichen Laborfachhandel erhältlich).

ACHTUNG! Verträglichkeit des Deckels bzw. der Trocknungskammer prüfen; siehe auch Anlage: Chemisches Verhalten ®PLEXIGLAS.

Die Gefriertrocknungsanlagen und das Zubehör bestehen aus unterschiedlichen Materialien, eine evtl. Unverträglichkeit muss beachtet werden. Beim Autoklavieren muss die Dauertemperaturbeständigkeit der einzelnen Materialien beachtet werden. Bitte fragen Sie von Fall zu Fall bei uns an. **Bei Verwendung von Gefahrenstoffen besteht die Pflicht zur Desinfektion der Gefriertrocknungsanlage und des Zubehörs.**

7.7.5. Prüfungen durch den Benutzer

Der Benutzer hat darauf zu achten, dass zur Sicherheit beitragende, wichtige Teile der Gefriertrocknungsanlage nicht beschädigt sind.

Dies gilt besonders für:

1. Deckel oder Trocknungskammer
2. Dichtungen
3. Ölstand Vakuumpumpe
4. Zubehör, wobei besonderes Augenmerk zu richten ist auf Veränderungen wie Korrosionsbildung, Anrisse, Materialabtragung etc.

Außerdem ist eine regelmäßige Schutzleiterprüfung durchzuführen.

8. Optionen

8.1. Prozessleitsystem LPC-16, Software

Auf Anfrage.

Siehe separate Bedienungsanleitung.

8.2. Prozessleitsystem LPC-16, Software mit PC-Hardware

Auf Anfrage.

Siehe separate Bedienungsanleitung.

8.3. Druckanstiegstest

8.4. Programmgeber

8.5. Datenlogger

9. Anlagen

Konformitätserklärung ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC

Bedienungsanleitung der Vakuumpumpe (nur bei Lieferung)

Bedienungsanleitung des Auspufffilters (nur bei Lieferung)

Einzelprospekt "Die Gefriertrocknungsanlage der ALPHA-Serie"

Zubehörprospekt "Das Zubehör für die Gefriertrocknung"

Übersichtsprospekt
"Das Programm der Gefriertrocknungsanlagen"

Chemisches Verhalten ®Plexiglas
(Material der Trocknungskammer bzw. der Deckel)

Sprühdesinfektionsmittel INCIDUR

(Material aller medienberührten Teile)

Rücksendeerklärung

Unbedenklichkeitsbescheinigung des Betreibers /
Dekontaminationserklärung

Chemisches Verhalten

®PLEXIGLAS GS

■ **®PLEXIGLAS XT**

Die Angaben gelten für die Sorten PLEXIGLAS GS 215, 218, 221, 222, 224, 231, 233, 237, 240, 245 und 2458 sowie für PLEXIGLAS XT, wobei die extrudierten Materialien von Lösemitteln schneller angegriffen werden.
Bei höheren Ansprüchen an die chemische Beständigkeit wird auf die Sorte PLEXIGLAS GS 209 verwiesen. Die Angaben beziehen sich auf 23 °C Prüftemperatur und spannungslosen Einbau.

Das Verhalten in der Praxis hängt weitgehend von der Gebrauchstemperatur ab. In Zweifelsfällen wird empfohlen, bei uns anzufragen, ob die chemische Beständigkeit für bestimmte Verwendungen ausreicht.

Die Ergebnisse aller Produkte – besonders der Markenerzeugnisse – beziehen sich auf deren jeweils geprüfte Herstellungs-Charge.

Anstrichmittel u.ä.

o Acrylglas-Farben und -Lacke
+ Ölfarben, rein
– Nitrolacke
– Verdünner, allgemein
+ aromatenfreie Benzine

Antistatikmittel:

+ HB 155
+ antistatischer Kunststoffreiniger und Pfleger

Technische Bäder:

+ Fotochemische Bäder
+ Galvanochemische Bäder

Baustoffe und Bauten-Schutzmittel:

o Heißbitumen
– Kaltbitumen
+ Gips
+ Mennige
+ Mörtel
+ Zement

Chemikalien, Lösemittel usw.
a) allgemein:

– Aceton
+ Akkumulatorensäure
+ Alaun
+ Aluminiumchlorid
+ Aluminiumoxalat
+ Aluminiumsulfat
+ Ameisensäure, bis 2 %
o Ameisensäure, bis 40 %
+ Ammoniaklösung, 25 %
+ Ammoniumsulfat
– Amylacetat
– Anilin
+ Arsen
+ Arsensäure
– Benzaldehyd
+ Benzin, rein
– Benzol
– Brom
– 1-Butanol
+ Buttersäure, bis 5%
+ Calciumchlorid
+ Calciumhypochlorit
– Chlor, flüssig
– Chlorethylether
– Chlorkohlenwasserstoffe
– Chlorphenol
o Chlorwasser
o Chromsäure
+ Cyclohexan
– Diacetonalkohol
o Diamylphthalat
+ Diethylenglykol
– Dibutylphthalat
– Dioxan
+ Eisen-II-chlorid
+ Eisen-III-chlorid
+ Eisenvitriol
o Ethanol, bis 30%
– Ethanol, konzentriert
– Ether
– Ethylacetat
– Ethylbromid
– Ethylbutyrat
– Ethylenbromid
o Essigsäure, bis 25%
– Essigsäure, konzentriert
+ Flußsäure, bis 20%
+ Glycerin
+ Glykol
+ Hornsäure, bis 20%
+ Heptan
+ Hexan
+ Jod, metallisch
+ Kalilauge
+ Kaliumbichromat
+ Kaliumcarbonat
+ Kaliumchlorid
+ Kaliumcyanid
+ Kaliumnitrat
+ Kaliumpermanganat
+ Kalkmilch
– Kresol
+ Kupfersulfat
+ Mangansulfat
+ Magnesiumchlorid
+ Magnesiumsulfat
– Methylethylketon
o Methanol, bis 30%
– Methanol, konzentriert
+ Milchsäure, bis 20%
– Milchsäurebutylester
+ Monobromnaphthalin
+ Natriumbisulfit
+ Natriumcarbonat
+ Natriumchlorat
+ Natriumchlorid
+ Natriumhypochlorit
+ Natriumsulfat
+ Natriumsulfid
+ Natronlauge 30 %
+ Nickelsulfat
+ Oxalsäure
– Perchlorethylen
+ Petrolether
+ Petroleum
– Phenole
– Phosphor, weiß
+ Phosphorsäure, bis 50 %
– Phosphortrichlorid
+ Pikrinsäure, 1% in Wasser
o 2-Propanol
+ Propylen
– Pyridin
+ Quecksilber
+ Salpetersäure, bis 40 %
– Salpetersäure, über 40 %
+ Salzsäure
+ Schwefel
– Schwefeldioxid, flüssig
– Schwefelkohlenstoff
+ Schwefelsäure, bis 30 %
+ Schweflige Säure, bis 5 %
o Schweflige Säure, konzentriert
+ Seifenlauge
+ Silbernitrat
– Siliciumtetrachlorid
+ Soda
– Spiritus
+ Stearinsäure
+ Sulfurylchlorid
+ Terpentinöl
+ Terpentinersatz
– Tetrachlorkohlenstoff
– Thionylchlorid
– Toluol
+ Triethylamin
– Trichloressigsäure
+ Wasserstoffperoxid, bis 30 %
+ Weinsäure, bis 50 %
– Xylol
+ Zinksulfat, fest
+ Zinksulfat, wäßrig
+ Zinn-II-chlorid
+ Zitronensäure, bis 20%

b) Markenerzeugnisse:

+ ®CLOPHEN T 55, A 60
o ®DEKALIN
o ®FRIGEN A 12 (CF_2Cl_2)
– ®GLYBAL A
+ ®PALATINOL K
o ®PALATINOL O, BB neu
+ ®SANGAJOL
+ ®TERAPIN
– ®TETRALIN

Desinfektionsmittel
a) allgemein:

+ Chlorkalk-Brei
– Jodtinktur, 5%
– Karbolsäure
+ Lugolsche Lösung
– Spiritus
+ Sublimat
+ Wasserstoffperoxid, bis 40%
o Wasserstoffperoxid, über 40%

b) Markenerzeugnisse:

o ® ATHROL, bis 5%
+ ® BAKTOLAN, bis 5%
– ® BAKTOLAN, konzentriert
+ ® CHINOSOL, bis 1%
– ® CHLORAMIN, Brei
+ ® CHLORAMIN, Lösung
+ ® ELMOCID GAMMA, bis 2%
– ® LYSOFORM
+ ® MEFAROL, bis 1%
+ ® MERCKOJOD, bis 1%
+ ® MERFEN
+ ® PERHYDROL
+ ® PERODIN
+ ® SAGROTAN, bis 2%

o ® SAGROTAN, bis 5%
o ® VALVANOL, bis 2%
+ ® ZEPHIROL, bis 5%

Düngemittel:
+ ® NITROPHOSKA, versch. Typen

Fette, Öle, Wachse:
+ mineralische
+ pflanzliche
+ tierische
o Silikonöl

Gase und Dämpfe:
+ Abgase, fluorwasserstoffhaltig
+ Abgase, salzsäurehaltig
+ Abgase, schwefelsäurehaltig
+ Ammoniak
o Bromdämpfe, trocken
o Chlordämpfe, trocken
+ Kohlendioxid
+ Kohlenmonoxid
+ Leuchtgas
+ Methan
+ Ozon
+ Sauerstoff
+ Schwefeldioxid (trocken)
+ Schwefelwasserstoff
+ Stickstoffdioxid
+ Stickstoffmonoxid

Getränke u.ä.:
+ Bier, Wein
+ Fruchtsaft, Milch, Kaffee
+ Schokolade
+ Kamillenextrakt
+ Speiseessig
o Spirituosen, bis 30%
+ Wasser, Mineralwasser

Klebstoffe und Dichtungsmittel:
– Acrylat-Dichtmassen
o Alleskleber
+ Dichtungsstreifen und Kittbänder (® EGO–FERM, ® TEROSTAT 81/86)
+ Isolierband
o ® PATTEX-Spezialleim
+ ® PERBUNAN
o ® PLEXIT
o ® PLEXISOL-Kleber
+ ® PLEXTOL-Kleber
– Polyurethan-Dichtmassen
o Silikonkautschuk
– Thiokolkautschuk (ein- und zweikomponentig)

Körper- und Schönheitspflege:
+ ® DIPLONA-Haaröl
+ Gesichtstonik
+ Glyzerin
+ Haarfestiger (® PRIMAWELLI
– Kampfer
+ Meerwasser
+ Moorwasser
– Nagellacke
– Nagellackentferner
+ ® POLYCOLOR
+ Salben
+ Seifen
o Sprays

Kunststoffe:
+ Gummi
– Gummi, weichmacherhaltig
+ Polyamid
+ Polyethylen
+ PVC
– PVC, weichmacherhaltig
+ Schaumstoffe
– Schaumstoffe, weichmacherhaltig

Lebensmittel und Gewürze:
+ Anis, Lorbeer, Muskat
+ Bienenhonig, rein
+ Fleisch, Fisch
+ Kochsalz
+ Marinaden
– Nelken
+ Pfeffer, Zimt, Zwiebel
+ Speiseeis

Reinigungsmittel
a) allgemein:
o Alkohol, bis 30%
– Alkohol, konzentriert
+ Benzin, rein
– Benzingemisch, aromatenhaltig
+ Bleichwasser
– Fleckenwasser
Laugen (siehe unter Chemikalien)
– Perchlorethylen
+ Petrolether
+ Petroleum
+ Salmiakgeist
Säuren (siehe unter Chemikalien)
+ Seifenwasser
+ Sodawasser
– Spiritus
+ Terpentinöl
+ Terpentinersatz
– Tetrachlorkohlenstoff
– Tri

b) Markenerzeugnisse:
+ ® AJAX
+ ® BFK-Reiniger
o ® BOLIMENT
+ ® BOTTCHERIN
+ ® BURMAT
+ ® BURNUS
+ ® CILLIT-GRÜN
+ ® DOR
+ ® DOSYL
+ ® DOSYLAN
+ ® FAKO-Poliermittel
+ ® FAKO-Polierpaste
+ ® FEWA
+ ® FRAPPIN
+ ® FÜLLBOX
+ Antistatischer KUNSTSTOFFREINIGER und Pfleger
+ ® LAVAPLEX
+ ® NULL-NULL
+ ® PERSIL
+ ® PLEXIKLAR
+ ® PRIL
+ ® REI
+ ® SEIFIX
– ® SIDOLIN
– ® SPECTROL
+ ® SPÜLI
+ ® WC-00

c) Reiniger für Rohrleitungen und Behälter:
+ ® CALGONIT D, DA, S
+ ® NEOMOSCAN M, -M-Pulver
+ ® NIROKLAR GR - flüssig
+ ® NIROKLAR GR - Pulver
+ ® P 3
o ® P 3 - Grundreiniger
+ ® P 3 - dix

Schädlingsbekämpfungsmittel:
– Sprays (direkt aufgesprüht)
o Sprays (in der Umgebung)
o wässrige Lösungen von Schädlingsbekämpfungsmitteln
+ ® NEXION-Stallspritzmittel
+ ® RABOND-Stallspritzmittel

Schutzüberzüge (ablösbar)
+ ® DIEGEL - Flüssigfolie 23922
+ ® KOPPERSCHMIDT-Abdeckpaste
o ® SPRAYLAT

Sonstiges:
o Diesel-Motor-Kraftstoffe
– Otto-Motor-Kraftstoffe
+ Urin

Die Zeichen bedeuten:
+ beständig
– nicht beständig
o bedingt beständig

Röhm GmbH
Chemische Fabrik
D - 64275 Darmstadt
Telefon (06151) 18-01
Telefax (06151) 18-4869
Telex 419474-O rd d

Unsere anwendungstechnische Beratung ist unverbindlich. Die Verantwortung für die Anwendung bzw. Verarbeitung unserer Produkte liegt beim Käufer, auch im Hinblick auf etwaige Schutzrechte Dritter. Technische Daten, die unsere Produkte betreffen, sind Richtwerte.

®= reg. Warenzeichen

plexiglas reg. Warenzeichen der Röhm GmbH, Darmstadt

Beratung und Lieferung durch:

50/593/45428516 D

Sicherheitsdatenblatt gemäß 91/155/EWG - ISO 11014-1

Incidur

1. Produkt- und Firmenbezeichnung

Bezeichnung des Produktes:

Incidur

Desinfektionsmittel für OP-Inventar
Medical Devices CE 0297 class IIa

Firmenbezeichnung:
Ecolab Deutschland GmbH, Postfach 130406,
40554 Düsseldorf, Tel.: 0211/9893-0

Für Notfälle steht Ihnen die Henkel-Werkfeuerwehr unter der Telefon-Nr. ++49-(0)211-797-3350 Tag und Nacht zur Verfügung.

2. Zusammensetzung / Angaben zu den Bestandteilen

Inhaltsstoffangaben (gemäß EG-Empfehlung 89/542):
5 - 15 %: anionische Tenside,
unter 5 %: nichtionische Tenside,

Weitere Inhaltsstoffe: Antimikrobielle Wirkstoffe,
Reinigungsverstärker, Komplexbildner, Farb- und Duftstoffe

Inhaltsstoffangaben:

8,8 % Glyoxal
Symbol: Xn
R-Satz: 20-36/38-40-43

4,5 % Glutaraldehyd
Symbol: T/N
R-Satz: 23/25-34-42/43-50

1 - 5 % Nichtionisches Tensid
Symbol: Xn
R-Satz: 22-36

5 -15 % Anionisches Tensid
Symbol: Xi
R-Satz: 36/38

3. Mögliche Gefahren des Produktes

Xn gesundheitsschädlich
R 20/22: Gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken
R 37/38: Reizt die Atmungsorgane und die Haut
R 40: Irreversibler Schaden möglich
R 41: Gefahr ernster Augenschäden
R 42/43: Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich

Hinweis:
In der BRD unterliegt dieses Produkt dem
Arzneimittelgesetz, bzw. dem Medizinproduktegesetz,
siehe hierzu Kapitel 15 "Nationale Vorschriften".

4. Erste-Hilfe-Maßnahmen

nach Einatmen:
Frische Luft, bei anhaltenden Beschwerden Arzt aufsuchen.

nach Hautkontakt:
Spülung mit fließendem Wasser und Seife. Hautpflege.
Beschmutzte, getränkte Kleidung sofort ausziehen.

nach Augenkontakt:
Sofortige Spülung unter fließendem Wasser (10 Minuten lang),
Facharzt aufsuchen.

nach Verschlucken:
Spülung der Mundhöhle, Trinken von 1-2 Gläsern Wasser Arzt
konsultieren.

5. Maßnahmen zur Brandbekämpfung

Geeignete Löschmittel:
alle gebräuchlichen Löschmittel geeignet

Aus Sicherheitsgründen ungeeignete Löschmittel:
keine bekannt

Besondere Gefährdungen durch das Produkt selbst,
seine Verbrennungsprodukte oder die entstehenden Gase:
keine bekannt

Besondere Schutzausrüstung bei der Brandbekämpfung:
Umgebungsluftunabhängigen Atemschutz tragen.

6. Maßnahmen bei unbeabsichtigter Freisetzung

Personenbezogene Vorsichtsmaßnahmen:
Berührung mit den Augen und der Haut vermeiden.
Für ausreichende Belüftung sorgen.

Umweltschutzmaßnahmen:
Größere Mengen nicht in die Kanalisation gelangen lassen.

Verfahren zur Reinigung/Aufnahme:
mechanisch aufnehmen. Reste mit viel Wasser wegspülen.

Zusätzliche Hinweise:
Kleinere Mengen mit viel Wasser verdünnen und wegspülen.

7. Handhabung und Lagerung

Handhabung:
keine besonderen Maßnahmen erforderlich

Lagerung:
Nur in Originalbehälter aufbewahren.
Bei Temperaturen nicht über 25°C lagern

Lagerklasse: VCI-Lagerklasse: 10

8. Expositionsbegrenzung und persönliche Schutzausrüstung

Zusätzliche Hinweise zur Gestaltung technischer Anlagen:
Keine besonderen Maßnahmen erforderlich.

Bestandteile mit arbeitsplatzbezogenen zu überwachenden Grenzwerten:
Glutaral
CAS-Nr.: 111-30-8
MAK: 0.1 ppm (0.4 mg/m3)

Persönliche Schutzausrüstung:
In den Unfallverhütungsvorschriften (UVV "Gesundheitsdienst"), GUV 8.1 der BAGUV und VBG 103 der BGW, ist in §7 die erforderliche Schutzkleidung für Reinigungs- und Desinfektionsmaßnahmen geregelt.
Atemschutz: bei der Verarbeitung großer Mengen
Handschutz: Schutzhandschuhe aus Gummi
Augenschutz: Schutzbrille

9. Physikalische und chemische Eigenschaften

Form:	Flüssigkeit
Farbe:	grün
Geruch:	aldehydisch
pH-Wert:	(unverdünnt) (20'C) ca. 4,5
Kältetrübungspunkt (Cloudpoint):	< 0 'C
Klarpunkt:	> 0 'C
Flammpunkt:	>100'C DIN 51758/ISO 2719 (Pensky-Martens)
Relative Dichte:	(20'C) 1,09 g/cm3
Löslichkeit:	(20'C) löslich in Wasser
Viskosität:	(20'C) ca. 15 mPa.s Höppler

10. Stabilität und Reaktivität

Zu vermeidende Bedingungen:
keine Zersetzung bei bestimmungsgemäßer Verwendung

Zu vermeidende Stoffe:
keine bekannt bei bestimmungsgemäßer Verwendung

Gefährliche Zersetzungsprodukte:
keine bei bestimmungsgemäßer Verwendung keine bekannt

11. Angaben zur Toxikologie

Irreversibler Schaden möglich

Einatmen:
Gesundheitsschädlich beim Einatmen
Reizt die Atmungsorgane

Verschlucken:
Gesundheitsschädlich beim Verschlucken

Hautkontakt:
Das Produkt reizt die Haut und Schleimhäute.

Sensibilisierung durch Einatmen möglich
Sensibilisierung durch Hautkontakt möglich

Augenkontakt:
Gefahr ernster Augenschäden

12. Angaben zur Ökologie

Persistenz und Abbaubarkeit:
Die im Produkt enthaltenen Tenside sind entsprechend den Anforderungen der Tensidverordnung (TensV) vom 04.06.1986 zum Wasch- und Reinigungsmittelgesetz (WRMG) durchschnittlich zu mindestens 90% biologisch abbaubar.

13. Hinweise zur Entsorgung

Abfallschlüssel-Nr. nach LAGA (Länderarbeitsgemeinschaft Abfall):
53507
EWC/EAK-Code: 070601
Sondermüllverbrennung mit Genehmigung der zuständigen Behörde.

14. Angaben zum Transport

Kein Gefahrgut im Sinne RID/ADR, GGVS/GGVE, ADNR,
IMDG, ICAO-TI/IATA-DGR

15. Vorschriften

Einstufung und Kennzeichnung:

Gefahrensymbole:
Xn gesundheitsschädlich

Gefahrenauslöser:
Glutaral (Glutaraldehyd), Glyoxal

R-Sätze:
R 20/22: Gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken
R 37/38: Reizt die Atmungsorgane und die Haut
R 40: Irreversibler Schaden möglich
R 41: Gefahr ernster Augenschäden
R 42/43: Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich

S-Sätze:
S 23: Aerosol nicht einatmen.
S 26: Bei Berührung mit den Augen sofort gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren.
S 28: Bei Berührung mit der Haut sofort abwaschen mit viel Wasser.
S 37/39: Bei der Arbeit geeignete Schutzhandschuhe und Schutzbrille/Gesichtsschutz tragen.
S 2: Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen.

12. Angaben zur Ökologie

Persistenz und Abbaubarkeit:
Die im Produkt enthaltenen Tenside sind entsprechend den Anforderungen der Tensidverordnung (TensV) vom 04.06.1986 zum Wasch- und Reinigungsmittelgesetz (WRMG) durchschnittlich zu mindestens 90% biologisch abbaubar.

13. Hinweise zur Entsorgung

Abfallschlüssel-Nr. nach LAGA (Länderarbeitsgemeinschaft Abfall):
53507
EWC/EAK-Code: 070601
Sondermüllverbrennung mit Genehmigung der zuständigen Behörde.

14. Angaben zum Transport

Kein Gefahrgut im Sinne RID/ADR, GGVS/GGVE, ADNR,
IMDG, ICAO-TI/IATA-DGR

15. Vorschriften

Einstufung und Kennzeichnung:

Gefahrensymbole:
Xn gesundheitsschädlich

Gefahrenauslöser:
Glutaral (Glutaraldehyd), Glyoxal

R-Sätze:
R 20/22: Gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken
R 37/38: Reizt die Atmungsorgane und die Haut
R 40: Irreversibler Schaden möglich
R 41: Gefahr ernster Augenschäden
R 42/43: Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich

S-Sätze:
S 23: Aerosol nicht einatmen.
S 26: Bei Berührung mit den Augen sofort gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren.
S 28: Bei Berührung mit der Haut sofort abwaschen mit viel Wasser.
S 37/39: Bei der Arbeit geeignete Schutzhandschuhe und Schutzbrille/Gesichtsschutz tragen.
S 2: Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen.

Dekontaminationserklärung / Rücksendeerklärung

Beiliegende Erklärungen dienen der Arbeitssicherheit und Gesunderhaltung unserer Angestellten. Fügen Sie die Formblätter ausgefüllt bei Rücksendung von Gefriertrocknungsanlagen, Zentrifugen, Ersatzteilen und Zubehör bei. Bitte haben Sie Verständnis dafür, daß wir die Arbeiten nur beginnen können, wenn die Erklärungen vorliegen. (Wir empfehlen, diese Seiten mehrfach zu kopieren.)

!!! Achtung - Dieses Formular muß von außen an die Verpackung geklebt werden !!!

Rücksendeerklärung

	JA	NEIN
Dekontaminationserklärung liegt bei :		
Anlage / Komponente verunreinigt :		
Anlage / Komponente ungebraucht :		

!!! Achtung - Dieses Formular muß von außen an die Verpackung geklebt werden !!!

Unbedenklichkeitsbescheinigung des Betreibers

Uber die Kontamination von Gefriertrocknungsanlagen, Vakuumkonzentratoren, Zentrifugen, Zubehör und Vakuumpumpen.

Diese Erklärung darf nur von autorisiertem Fachpersonal ausgefüllt und abgezeichnet werden.

Reparaturauftrag vom : _____

Auftrags Nr. : _____

Anlagetyp : _____ Fabrik-Nr. : _____
Anlagetyp : _____ Fabrik-Nr. : _____
Anlagetyp : _____ Fabrik-Nr. : _____
Anlagetyp : _____ Fabrik-Nr. : _____

Zubehörkomponenten : _____
_____

Sind die genannten Geräte frei von Schadstoffen ? JA **O** Nein **O**

Wenn nein, mit welchen Schadstoffen sind die genannten Geräte in Berührung gekommen.

Namen der Stoffe : _____
_____

Bemerkung : _____
(z.B.: Handschuhe benutzen) _____

Generelle Stoffeigenschaft :

Ätzend	**O**	Toxisch	**O**
Korrosiv	**O**	Explosiv	**O**
Biologisch Gefährlich	**O**	Radioaktiv	**O**

In Kombination mit welchen Stoffen können sich gefährliche Gemische bilden ?
Namen der Stoffe : _____
_____

Wurden die Geräte vor dem Versand gereinigt ? JA **O** Nein **O**

Sind die Anlagen einwandfrei dekontaminiert und nicht mehr gesundheitsgefährdent ?
JA **O** Nein **O**

Radioaktiv kontaminierte Komponenten müssen vor der Reparatur entsprechend den geltenden Strahlenschutzvorschriften dekontaminiert werden !

Rechtsverbindliche Erklärung

Hiermit versichere (n) ich / wir, daß die Angaben in dieser Erklärung korrekt und vollständig sind.

Firma / Institut : _____
Straße : _____
PLZ, Ort : _____
Tel.: _____ FAX : _____
Name : _____

Datum : _____ Firmenstempel :
Unterschrift : _____ _____